



# Développement d'un outil chronostratigraphique pour les archives climatiques : datations absolues (K/Ar, Ar/<sup>3</sup>Ar) et paléomagnétisme appliqués aux laves

Romain Sasco

## ► To cite this version:

Romain Sasco. Développement d'un outil chronostratigraphique pour les archives climatiques : datations absolues (K/Ar, Ar/<sup>3</sup>Ar) et paléomagnétisme appliqués aux laves. Sciences de la Terre. Université Paris Sud - Paris XI, 2015. Français. NNT : 2015PA112009 . tel-01266050

**HAL Id: tel-01266050**

**<https://theses.hal.science/tel-01266050>**

Submitted on 2 Feb 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE 534 :

MODÉLISATION ET INSTRUMENTATION EN PHYSIQUE, ÉNERGIES, GÉOSCIENCES  
ET ENVIRONNEMENT

Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (CEA/CNRS/UVSQ)

## THÈSE DE DOCTORAT

SCIENCES DE L'UNIVERS

par

**Romain SASCO**

Développement d'un outil chronostratigraphique pour les archives  
climatiques : datations absolues ( $K/Ar$ ,  $^{40}Ar/^{39}Ar$ ) et  
paléomagnétisme appliqués aux laves.

**Date de soutenance : 28/01/2015**

### Composition du jury :

Directeur de thèse :	Hervé GUILLOU	Directeur de recherche CEA (LSCE, Gif-Sur-Yvette)
Encadrant CEA :	Catherine KISSEL	Directeur de recherche CEA (LSCE, Gif-Sur-Yvette)
Rapporteurs :	Annick CHAUVIN Jérôme DYMENT	Professeur des Universités (Université de Rennes 1) Directeur de recherche CNRS (IPGP)
Examineurs :	Claire CARVALLO Nicolas ARNAUD Xavier QUIDELLEUR	Maitre de conférence (UPMC) Directeur de recherche CNRS (Université Montpellier 2) Professeur des Universités (Université Paris-Sud)



*Forever trusting who we are,  
And nothing else matters.*

*Metallica*





## **Remerciements**

Je tiens tout d'abord à remercier Hervé et Catherine qui m'ont permis de découvrir un domaine que je ne connaissais pas. Merci pour votre confiance, votre aide et votre investissement pensant cette thèse. Comment oublier toute l'équipe Chronomag qui m'a énormément aidée pendant ces 3 années : Aurélie, Alain, Seb, Vincent, Carlo, merci pour tout ce que vous avez fait pour moi. Enfin, last but not least, Camille, merci pour tout : ton aide, ta bonne humeur, tes conseils, ta patience quand je ne nettoiais pas bien la paillasse,... Pour leur gentillesse et leurs conseils, merci également à toutes les personnes que j'ai pu côtoyer au LSCE.

Beaucoup de personnes m'ont aidée durant cette thèse sans qu'elles ne s'en soient jamais doutées. Ces soldats de l'ombre m'ont apporté ce dont on a le plus besoin pour réussir et ceci ne se trouve pas dans les livres ou les publications (pourtant j'ai bien cherché...). Je les remercie donc et leur dédicace ce manuscrit, en espérant oublier personne.

Tout d'abord merci à tous les thésards que j'ai eu le plaisir de côtoyer au cours de ces 3 années : Thomas, Romain (non non ce n'est pas moi...), Sandra, Flora, Cécile, Cindy, Hugo, Marion, Naoufel, Elian et Alison. Ca n'aurait pas été la même chose sans vous les gens ! ;). Une grosse dédicace à mon colocataire de bureau : Pierrot, dit The Burckel, ou Pièèèèèèrrrrrrre ! Trois ans à me supporter, si ça ça mérite pas la légion d'honneur ! Merci pour tout mec, je ne sais pas si j'aurais réussi sans toi !

Merci également à toutes les personnes que j'ai pu rencontrer pendant mon cursus académique en France ou en Irlande et qui sont aujourd'hui devenus des ami(e)s : Romain (non ce n'est toujours pas moi, ni celui du dessus...), Guigui, Alexis, Guillaume, Holly, Catherine, Milo,... « Advienne que pourra » affirmaient certains, « Sláinte » disaient d'autres, mais le plus important c'est que grâce à vous j'ai énormément appris aussi bien sur le plan professionnel que personnel, tout en passant de très bons moments.

Merci aussi à tous mes colocs. La vie sur Paris peut être difficile, une thèse également, alors en combinant les deux on peut vraiment obtenir un mélange à fort potentiel dépressif. Ces 3 années de colocation m'ont énormément aidé. J'en garderai un souvenir très agréable.

Je tiens à remercier toute la section Rink-Hockey du BO qui m'a vu grandir et m'a inculqué de nombreuses valeurs qui ont été très utiles à l'accomplissement de ce travail. Une pensée particulière pour mon équipe, ce groupe d'amis avec qui j'ai partagé tant de moments inoubliables et appris la combativité et le goût des choses bien faites. Jo ta ké irabazi arte !

Un grand merci à la dream team du Pays, ce « coin de France où le bonheur fleurit, où l'on connaît d'avance les joies du Paradis ». Vous m'avez aidé plus que vous ne le pensez pendant ces 13 dernières années. Au plaisir de se revoir le plus souvent possible à la Madrague ou au Xarneguak. Surtout ne changez rien, et que ça capte ! Et l'ami, merci pour ces 13 années de puissance (et ce n'est pas fini !).

Merci à ma petite hérissonne préférée, la seule qui affronte avec un si beau sourire la pluie irlandaise et le froid slovène. Ta simple présence vaut toute l'aide du monde !

Un énorme merci à toute ma famille qui m'a toujours soutenu et épaulé dans tout ce que j'ai pu entreprendre, même toi Sophie ;). Enfin, parce qu'ils sont la principale cause d'existence de ce manuscrit (car sans eux je n'aurais peut-être pas continué aussi loin mes études), qu'ils m'ont toujours aimé, soutenu, encouragé et ont fait d'énormes sacrifices pour moi, merci à mes parents.

## **Table des matières**

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Vers une meilleure calibration des échelles de temps ...</b>	<b>5</b>
<b>I.A) De la nécessité de calibrer et corrélér les échelles de temps .....</b>	<b>5</b>
I.A.1) Etablissement des échelles de temps.....	5
I.A.2) Calibration et corrélation des échelles de temps.....	8
<b>I.B) Le CMT comme outil de calibration et corrélation inter-archives .....</b>	<b>12</b>
I.B.1) Les enregistrements continus du CMT .....	12
I.B.2) Les laves : un outil de calibration du CMT .....	16
<b>Chapitre II : Cadre général et échantillonnage.....</b>	<b>19</b>
<b>II.A) Les îles Canaries .....</b>	<b>19</b>
II.A.1) Contexte géographique et géologique .....	19
III.A.1.a) Une origine controversée .....	20
III.A.1.b) Des caractéristiques communes à l'ensemble de l'archipel .....	20
II.A.2) Echantillonnage des îles Canaries .....	22
II.A.2.a) Tenerife .....	22
II.A.2.a.1) Présentation de Tenerife .....	22
II.A.2.a.2) Localisation des échantillons de Tenerife .....	24
II.A.2.b) La Palma.....	25
II.A.2.b.1) Présentation de La Palma .....	25
II.A.2.b.2) Localisation des échantillons de La Palma .....	26
II.A.2.c) Grande Canarie .....	28
II.A.2.c.1) Présentation de Grande Canarie .....	28
II.A.2.c.2) Localisation des échantillons de Grande Canarie .....	28
<b>II.B) L'Ardèche.....</b>	<b>31</b>
II.B.1) Cadre géographique et géologique .....	31
II.B.2) Localisation des échantillons .....	32
II.B.3) Processus d'échantillonnage .....	34

II.B.3.a) Echantillonnage géochronologique .....	34
II.B.3.b) Echantillonnage paléomagnétique .....	35

## **Chapitre III : Principes des méthodes utilisées et protocoles expérimentaux..... 37**

### **III.A) Méthodes K-Ar sans traceur et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .....37**

III.A.1) L'horloge K-Ar .....	37
III.A.1.a) Fonctionnement de l'horloge K-Ar .....	37
III.A.1.b) Equation d'âge .....	39
III.A.1.c) Hypothèses de base du chronomètre .....	40
III.A.2) Sélection et préparation des échantillons.....	40
III.A.2.a) Broyage - Tamisage .....	41
III.A.2.b) Nettoyage de l'échantillon .....	41
III.A.2.c) Tris minéralogiques.....	41
III.A.2.c.1) Tris magnétique.....	42
III.A.2.c.2) Tri densitométrique.....	42
III.A.2.c.3) Piquage .....	42
III.A.3) Méthode K-Ar sans traceur .....	43
III.A.3.a) Mesure de $^{40}\text{K}$ .....	43
III.A.3.b) Extraction et purification de l' $^{40}\text{Ar}$ .....	43
III.A.3.c) Mesure au spectromètre de masse .....	45
III.A.3.c.1) Protocole de mesure .....	45
III.A.3.c.2) Correction atmosphérique .....	46
III.A.3.c.3) Calibration .....	47
III.A.4) Méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .....	48
III.A.4.a) Production d' $^{39}\text{Ar}$ : flux d'irradiation .....	48
III.A.4.b) Activation neutronique.....	48
III.A.4.c) Equation d'âge .....	49
III.A.4.d) Corrections d'interférence de masse .....	51
III.A.4.d.1) Correction des masses 36 et 39 .....	52
III.A.4.d.2) Correction de la masse 40.....	52
III.A.4.e) Analyse d'un échantillon par chauffes successives .....	53

III.A.4.f) Facteurs correctifs .....	54
III.A.4.f.1) Correction d'argon atmosphérique .....	54
III.A.4.f.2) Mesure des blancs .....	54
III.A.4.g) Traitement des résultats .....	54
III.A.4.g.1) Les spectres d'âge .....	55
III.A.4.g.2) Les isochrones .....	55
III.A.5) Pourquoi deux méthodes de datation?.....	57
<b>III.B) Etude Paléomagnétique .....</b>	<b>58</b>
III.B.1) Bases de l'étude paléomagnétique .....	58
III.B.2) Minéralogie magnétique – nature et taille des grains .....	59
III.B.2.a) Analyses thermomagnétiques .....	61
III.B.2.b) Diagrammes d'Hystérésis et FORC .....	63
III.B.2.b.1) Diagramme d'Hystérésis : protocole expérimental et principe.....	64
III.B.2.b.2) Diagrammes de FORCS.....	67
III.B.3) Désaimantation thermique .....	68
III.B.3.a) Principe de la désaimantation thermique .....	68
III.B.3.b) Protocole de désaimantation .....	69
III.B.3.c) Interprétation et intérêts de l'expérience .....	69
III.B.4) Mesure de la paléointensité .....	72
III.B.4.a) La méthode Thellier et Thellier .....	73
III.B.4.b) Protocole expérimental .....	74
III.B.4.b.1) Description du dispositif de chauffe .....	75
III.B.4.b.2) Protocole de chauffe .....	76
III.B.4.c) Exploitation des résultats .....	77
III.B.4.c.1) Présentation des résultats.....	77
III.B.4.c.2) Critères de sélection des résultats .....	80
III.B.5) Pourquoi la méthode Thellier et Thellier pour mesurer une paléointensité ? .....	81
<b>Chapitre IV : Résultats .....</b>	<b>85</b>
<b>IV.A) Résultats géochronologiques .....</b>	<b>85</b>
IV.A.1) Analyses géochronologiques des échantillons canariens .....	86

IV.A.1.a) Datations.....	86
IV.A.1.b) Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour les échantillons canariens.....	88
IV.A.1.c) Influence des standards et constantes utilisés sur les âges canariens.....	92
IV.A.1.c.1) Influence de l'âge du standard utilisé.....	92
IV.A.1.c.2) Influence de la valeur des constantes utilisées : rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ atmosphérique, constante de décroissance du $^{40}\text{K}$ , et abondance du $^{40}\text{K}$ .....	97
IV.A.1.d) Ages radiométriques retenus pour les échantillons canariens.....	100
IV.A.2) Analyses géochronologiques des échantillons ardéchois.....	101
IV.A.2.a) Datations K-Ar.....	101
IV.A.2.b) Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .....	104
IV.A.2.c) Influence des standards et constantes utilisés sur les âges ardéchois.....	107
IV.A.2.d) Ages radiométriques retenus pour les échantillons ardéchois.....	110
<b>IV.B) Résultats Paléomagnétiques.....</b>	<b>111</b>
IV.B.1) Résultats paléomagnétiques des sites canariens.....	111
IV.B.1.a) Courbes thermomagnétiques.....	111
IV.B.1.b) Cycles d'Hystérésis.....	113
IV.B.1.c) Désaimantations thermiques.....	114
IV.B.1.d) Paléointensité et classification qualitative des résultats.....	116
IV.B.1.e) Résultats paléomagnétiques propres à chaque site des Iles Canaries.....	119
IV.B.1.f) Stabilité de l'aimantation à l'échelle géologique.....	138
IV.B.1.f) Synthèse des informations pour les Iles Canaries.....	139
IV.B.2) Résultats paléomagnétiques des sites ardéchois.....	139
IV.B.2.a) Minéralogie magnétique.....	139
IV.B.2.b) Généralité sur les résultats magnétiques ardéchois.....	141
IV.B.2.b.1) Désaimantations thermiques des sites ardéchois.....	141
IV.B.2.b.2) Paléointensité des échantillons ardéchois.....	141
IV.B.2.c) Résultats propres à chaque site ardéchois.....	142
IV.B.2.d) Synthèse des données des sites ardéchois.....	151
<b>Chapitre V : Discussion.....</b>	<b>153</b>
<b>V.A) Apport des datations K-Ar et <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> au volcanisme Ardéchois.....</b>	<b>153</b>
V.A.1) Comparaison des divers âges obtenus pour les volcans ardéchois.....	153

V.A.2) Interprétation des différences d'âges entre les méthodes K-Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	155
V.A.2.a) Des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ mieux contraints	155
V.A.2.b) Origine de l'excès d'argon	156
V.A.2.c) Contamination crustale et mantellique : vecteur des excès d'Argon	157
V.A.2.c.1) Evidences pétrographiques et minéralogiques de la contamination	157
V.A.2.c.2) Evidences géochimiques de la contamination	159
V.A.3) Apport du paléomagnétisme pour distinguer les 2 phases éruptives du Sud de l'Ardèche	165
V.A.4) Contribution des retombées volcaniques contenues dans les karsts ardéchois	168
<b>V.B) Les îles Canaries : contribution à la calibration des échelles de temps</b>	<b>171</b>
V.B.1) Composante non dipolaire et anomalie magnétique : impact sur l'enregistrement du signal magnétique des laves	171
V.B.1.a) Anomalies magnétiques des îles Canaries	171
V.B.2.b) Estimation de la composante non-dipolaire	172
V.B.2) Sélection des couples âge-paléointensité sur 13-200 ka	176
V.B.3) Traitement des données volcaniques sélectionnées	181
V.B.4) Comparaison des données sédimentaires et volcaniques	183
V.B.4.a) Sur 0-80 ka	183
V.B.4.b) Sur 80-200 ka	186
<b>Conclusion et perspectives</b>	<b>195</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>199</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>223</b>
<b>Liste des tables</b>	<b>229</b>
<b>ANNEXES</b>	<b>231</b>





# **Introduction**

Améliorer la justesse et la précision des échelles de temps est une demande de plus en plus pressante des diverses communautés scientifiques étudiant les variations climatiques subies par la Terre au cours des temps géologiques. Dans un contexte où les changements climatiques semblent perceptibles à l'échelle d'une vie humaine, il est nécessaire de comprendre les variations climatiques se déroulant sur de courtes périodes (< 10 ka) afin d'essayer de quantifier ou d'anticiper d'éventuels changements dans un futur relativement proche. Développer une échelle de temps à meilleure résolution temporelle que celle atteinte par la cyclostratigraphie est une étape importante afin de quantifier avec précision les rapides variations climatiques passées. L'établissement d'un outil chronologique global et applicable aux différentes archives climatiques (sédiments, glaces, spéléothèmes,...) est donc indispensable pour replacer les enregistrements climatiques provenant de ces archives dans un cadre chronologique commun et pour faciliter leurs inter-comparaisons permettant ainsi de quantifier d'éventuels déphasages entre événements, marqueurs ou archives climatiques.

Les objectifs de la thèse consistent à développer un tel outil en combinant datation absolue et étude du champ magnétique terrestre appliquées aux produits volcaniques. En effet, le champ magnétique, généré au sein du noyau terrestre, est largement indépendant du climat et son expression en terme de champ dipolaire est globale à la surface de la terre. Il est enregistré par de nombreuses archives climatiques : les sédiments marins ou lacustres et les glaces qui archivent aussi les variations climatiques, et les coulées de laves à partir desquelles une chronologie absolue peut être établie. Les sédiments ont fourni de nombreux enregistrements des changements d'intensité du champ magnétique terrestre dans le passé. Ces enregistrements ont une résolution temporelle très variable en raison des taux d'accumulation différents suivant les régions étudiées et des techniques de laboratoire employées. L'avantage des sédiments est qu'ils peuvent se déposer, si le contexte géologique s'y prête, de façon continue dans le temps. Néanmoins, ils ne fournissent que des changements relatifs d'intensité, qui plus est, placés le plus souvent sur des échelles de temps stratigraphiques. Une calibration absolue en âge et en intensité de ces enregistrements est donc nécessaire. Les laves sont émises de façon irrégulière dans le temps mais elles ont l'avantage d'enregistrer l'intensité absolue du champ magnétique et elles peuvent être datées en couplant les méthodes  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et K-Ar. L'analyse en datation et en paléomagnétisme de laves bien réparties dans le temps permet donc de transférer les enregistrements sédimentaires sur une échelle des variations d'intensité absolue. Une telle étude couplée a été menée avec succès sur la période 20-45 ka couvrant les deux excursions du Mono Lake et du Laschamp (Guillou et al., 2004 ; Laj et al., 2014). Ces études ont permis de montrer que ces deux excursions sont bien séparées dans le temps avec une récupération

quasi totale de l'intensité entre les deux et constituent maintenant des points d'ancrages précis qui peuvent être largement utilisés dans toutes les reconstitutions paléoclimatiques. Obtenir d'autres points sur des périodes un peu plus anciennes, encore mal documentées, permettrait donc de caler temporellement les changements d'intensité du champ magnétique terrestre avec précision, échelle de temps par la suite transférable à diverses archives climatiques. Ce travail de thèse contribue ainsi à la calibration de la période 0-200 ka.

Cette étude a été réalisée au Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (CEA, CNRS, UVSQ), au sein de l'équipe CHRONOMAG qui dispose de l'ensemble des dispositifs expérimentaux nécessaires à l'acquisition des données paléomagnétiques et géochronologiques. Les analyses chimiques en éléments majeurs et traces des laves ont été effectuées au CRPG de Nancy. Les lames minces ont été réalisées par les laboratoires GEOPS (Université Paris-Sud) et LDO (Université de Bretagne Occidentale). La mission de terrain aux îles Canaries a été encadrée par deux spécialistes du volcanisme canarien : J.C. Carracedo et F.J Pérez Torrado (Université de Las Palmas, Grande Canarie, Espagne). Certains résultats de ce travail ont été présentés à des congrès nationaux (Paléomagnétisme en France : résultats récents et perspectives, Paris 2013) et internationaux (EGU 2014, Vienne 2014). Enfin, les données géochronologiques des volcans ardéchois, présentées à l'EGU 2014, ont permis de soutenir le parc naturel des Monts d'Ardèche dans l'obtention du label mondial Geopark, soutenu par l'UNESCO.

Ce manuscrit est composé de 5 chapitres suivis d'annexes regroupant principalement les détails des analyses effectuées.

Le chapitre I présente le contexte scientifique dans lequel se déroule cette thèse. Il détaille la nécessité de mettre au point une échelle de temps robuste et précise permettant de corréliser les différentes archives climatiques et revient sur les moyens de calibrations disponibles. Enfin, il présente plus en détail l'outil retenu (le champ magnétique terrestre) et les études préliminaires qui serviront de base à la réalisation de l'outil chronostratigraphique désiré.

Le contexte géologique des zones d'études, à savoir les îles Canaries et l'Ardèche, est présenté dans le chapitre II, ainsi que les protocoles d'échantillonnage paléomagnétique et géochronologique.

Le chapitre III décrit l'ensemble des méthodes utilisées pour mener à bien cette étude. La datation des laves repose sur deux méthodes complémentaires : le K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , pour lesquelles les principes et protocoles expérimentaux seront détaillés. De nombreuses expériences sont menées en paléomagnétisme pour aboutir aux données de

paléointensités. Là encore les principes, rôles, et protocoles expérimentaux de chaque analyse seront détaillés.

L'ensemble des résultats acquis sont présentés dans le chapitre IV. Etant donné le nombre important de données produites, les résultats y sont présentés sous forme synthétique. Les éléments présentés dans ce chapitre couvrent cependant les points essentiels de nos résultats tout en illustrant la diversité des cas obtenus. Les résultats détaillés sont disponibles dans les diverses annexes.

Le chapitre IV se décompose en 2 parties indépendantes. La première s'intéresse aux résultats obtenus en Ardèche qui, bien que ne répondant pas à la problématique initiale, fournissent de nouveaux éléments de chronologie du volcanisme ardéchois. La deuxième partie se focalise sur la problématique initiale et discute de l'apport des nouveaux couples âge-paléointensité obtenus dans le cadre de ce travail à la calibration des échelles de temps.



# **Chapitre I : Vers une meilleure calibration des échelles de temps**

## **I.A) De la nécessité de calibrer et corrélérer les échelles de temps**

L'étude du climat passé et la compréhension des mécanismes qui en régissent ses variations nécessitent d'établir une échelle de temps commune aux différentes archives climatiques (sédiments, glaces, spéléothèmes,...). Une telle échelle se doit également d'être la plus juste et la plus précise possible afin de pouvoir quantifier les éventuels déphasages entre événements climatiques, améliorant ainsi notre compréhension des divers phénomènes climatiques.

A ce jour, chaque archive climatique a sa propre échelle de temps. Ainsi, les échelles de temps des séries sédimentaires, marines (principalement) ou lacustres, sont basées sur la relation entre les paramètres orbitaux terrestre et des indicateurs climatiques. Les séries glaciologiques ont quant à elles des échelles de temps établies en combinant plusieurs méthodes (comptage de couche, modèle d'écoulement,...). L'établissement de points de calage temporels à l'aide d'outils de datation indépendants des variables climatiques (datations radiométriques, isotopes cosmogéniques,...) a largement contribué à améliorer la justesse et la précision de chacune de ces échelles.

Reste le problème de placer l'ensemble de ces archives dans un cadre temporel commun. Il est donc important de contribuer à développer un outil chronologique et de corrélation à grande échelle qui soit à la fois commun à l'ensemble des archives climatiques et indépendant des variables climatiques.

### **I.A.1) Etablissement des échelles de temps**

Certains indicateurs paléoclimatiques (tels que les enregistrements isotopiques de l'oxygène :  $\delta^{18}\text{O}$ ) varient suivant les cycles orbitaux de la précession, de l'obliquité, et de l'excentricité (périodicités respectives de 23, 40 et 100 ka) proposés comme forçage externe du climat par Milankovitch. Depuis cette découverte (*Hays et al., 1976*), ces méthodes cyclostratigraphiques ont été largement appliquées aux séries sédimentaires. L'un des indicateurs paléoclimatiques les plus utilisés est le  $\delta^{18}\text{O}$  des foraminifères benthiques, car considéré comme un signal global. La compilation LR04, obtenue par *Lisiecki et Raymo (2005)*, propose un cadre temporel, sur les derniers 5,3 Ma, des variations climatiques. La construction de LR04 repose sur 57 enregistrements de  $\delta^{18}\text{O}$  benthiques répartis en différents points du globe. LR04 est maintenant l'échelle chronologique de référence pour

les enregistrements en domaine marin. Néanmoins, malgré cette avancée significative, cette compilation a ses limites. Ainsi, l'incertitude associée à l'échelle de temps n'est pas compatible avec une étude de signaux climatiques à haute résolution puisque les données de  $\delta^{18}\text{O}$  benthique ne permettent généralement pas d'atteindre une précision temporelle inférieure à 5 ka, soit 1/4 du cycle le plus court de la précession (Waelbroeck *et al.*, 2008). Ceci apparaît insuffisant lorsqu'il s'agit de quantifier et de caractériser des événements brefs. De plus, les 57 enregistrements pris en compte pour la construction de LR04 proviennent d'océans différents et de profondeurs différentes. Ils représentent donc des masses d'eau ayant des signatures isotopiques particulières, parfois dépendantes de la température plus que du volume des glaces, notamment pendant les déglaciations (Waelbroeck *et al.*, 2008).

Les enregistrements glaciologiques sont également un outil précieux pour préciser la chronologie des variations climatiques.

Dans les régions à fort taux d'accumulation de glace, telles que le Groenland ou les régions côtières d'Antarctique, le cadre chronologique des archives repose en partie sur le comptage des couches annuelles. Ces couches annuelles sont identifiées par différentes méthodes telles que l'inspection visuelle ou la mesure de cycles saisonniers de la composition isotopique ou chimique de la glace. De nombreuses échelles reposant sur ces méthodes ont ainsi été établies. On peut citer entre autres GISP2 (Meese *et al.*, 1997) et GICC05 (Andersen *et al.*, 2006 ; Svensson *et al.*, 2006). La justesse et la précision de ces échelles restent très sensibles aux erreurs de comptage ainsi qu'à la propagation de ces erreurs. Pour l'échelle GICC05, l'erreur sur l'âge est estimée à 1 an à 1 ka, alors qu'elle est de 2601 ans à 60 ka (Figure I.1). Par ailleurs, l'âge le plus ancien obtenu au Groenland (forage NorthGRIP) est 123 ka.

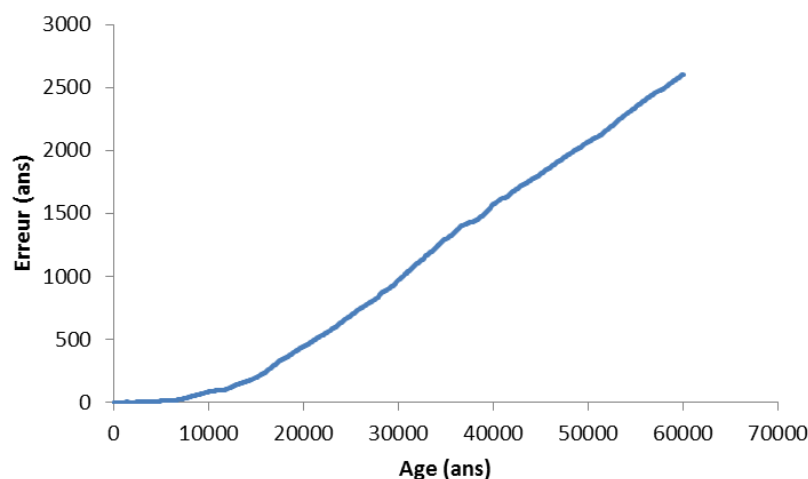


Figure I.1 : Evolution de l'erreur en fonction de l'âge pour l'échelle de temps GICC05.

Les forages des glaces d'Antarctique recoupent des empilements à plus faibles taux d'accumulation ce qui permet de recueillir des enregistrements remontant plus loin dans le passé. Ainsi l'échelle AICC2012, (Veres *et al.*, 2013 ; Bazin *et al.*, 2013) construite en combinant les données de 5 carottes (4 en Antarctique et 1 au Groenland) remonte jusqu'à

800 ka. Néanmoins, la résolution de ces enregistrements, plus faible que ceux du Groenland, n'autorise pas l'établissement d'une échelle de temps par comptage des couches de glaces. Dans ce cas, les échelles de temps sont le plus souvent obtenues par modélisation glaciologique (e.g. : échelle de temps GT4 de *Petit et al., 1999* ; EDC3 de *Parrenin et al., 2007*). D'autres méthodes d'obtention d'échelles de temps sont parfois utilisées telles que le forçage orbital, ou la corrélation de la carotte à dater avec une autre bien datée via l'utilisation de marqueurs communs présents dans la glace. L'échelle EDML-1 (*Ruth et al., 2007*) dérive ainsi d'EDC3 (*Parrenin et al., 2007*) par corrélation de 322 horizons volcaniques communs identifiés dans leurs enregistrements glaciologiques respectifs. Les échelles de temps obtenues par modélisation glaciologique souffrent néanmoins d'incertitudes temporelles liées au processus de modélisation (formulation mathématique du modèle, implémentation numérique du modèle, incertitude des paramètres définissant le modèle,...). Il est cependant possible de diminuer ces incertitudes. Ainsi, *Veres et al. (2013)* et *Bazin et al. (2013)* ont minimisé les erreurs de l'échelle AICC2012 en utilisant une méthode bayésienne (*Lemieux-Dudon et al., 2010*) permettant de combiner l'ensemble des informations robustes (contraintes glaciologiques, marqueurs stratigraphiques, gaz) provenant de différentes carottes de glace.

Ainsi créée, chaque échelle possède une incertitude temporelle. Pour les échelles glaciologiques l'incertitude est principalement due aux erreurs possibles de comptage et aux erreurs inhérentes au processus de modélisation. La principale source d'incertitude affectant les chronologies reposant sur la stratigraphie isotopique est l'incertitude liée à la réponse des variables climatiques au forçage orbital utilisé pour modéliser les cycles stratigraphiques observés.

A la difficulté d'établir des échelles de temps précises pour chaque type d'archive, s'ajoute celle de corréler entre elles des archives de nature différente. Souvent, la corrélation entre 2 différents types d'archives est alors établie sur la base de caractéristiques communes observées dans les 2 archives. *Shackleton et al. (2000)* ont ainsi corrélé un signal de température d'une carotte de glace de Vostok à un signal de  $\delta^{18}\text{O}$  benthique d'une série sédimentaire au large du Portugal. Cette corrélation est effectuée sur la base d'une évolution similaire des 2 variables climatiques différentes observées en différents points du globe et dans des archives de nature différente. Néanmoins, il peut exister des déphasages dans l'enregistrement des signaux climatiques, aussi bien entre les différents traceurs climatiques qu'entre les différentes archives climatiques. Ces déphasages peuvent ainsi induire des erreurs lors de corrélations basées sur l'évolution similaire de 2 signaux différents.



### **I.A.2) Calibration et corrélation des échelles de temps**

Une solution largement utilisée pour réduire l'incertitude temporelle des échelles de temps est d'utiliser des marqueurs stratigraphiques d'âge connu. Cette technique est utilisée aussi bien pour les enregistrements glaciologiques (par comptage ou par modélisation) que pour les enregistrements sédimentaires. Les marqueurs stratigraphiques correspondent à un horizon donné de la série climatique qui va pouvoir être daté de manière précise et indépendante de l'échelle de temps mise en place dans cette série. La comparaison de cet âge ponctuel avec l'âge obtenu « en continu » via l'échelle de temps de l'archive étudiée permet alors de juger de la justesse et de la précision de cette échelle et peut donner lieu à une éventuelle recalibration temporelle. A ce jour de nombreux outils sont disponibles pour obtenir ces marqueurs temporels, certains d'entre eux permettent même une corrélation inter-archives.

Les marqueurs gaz tels que le  $\delta^{18}\text{O}_{\text{atm}}$ , le  $\delta^{15}\text{N}$ , ou le méthane sont largement utilisés pour corréler des séries glaciologiques. Ces marqueurs sont contenus dans les bulles de gaz atmosphériques piégées dans les glaces lors de leur compaction. L'un des marqueurs gaz les plus utilisés est le méthane dont les variations sont fortement liées aux rapides fluctuations climatiques (*Chappellaz et al., 1993 ; Mitchell et al., 2011*). De plus, le temps de mélange de ce gaz dans l'atmosphère est très rapide (*Blunier et al., 1998 ; EPICA community Members, 2006*). Cette propriété permet ainsi de relier entre elles des carottes de glaces du Groenland et de l'Antarctique et est à ce jour très largement appliquée (*Veres et al., 2013 ; Buiron et al., 2011*). Néanmoins, cet outil reste limité aux archives glaciologiques et ne permet pas de corréler une série sédimentaire avec une série glaciologique.

La datation au  $^{14}\text{C}$  reste une méthode de choix pour la datation des archives sédimentaires. Cet isotope cosmogénique, formé dans les hautes couches de l'atmosphère (*Lal et Peters, 1967 ; Masarik et Beer, 1999*), se retrouve incorporé dans l'atmosphère, l'océan et la biosphère. Dans ces 2 derniers compartiments, des éléments peuvent le fixer dans des proportions identiques à celle du compartiment dans lequel il se trouve. Lorsque ces éléments se retrouvent isolés de ce compartiment (mort d'un organisme vivant par exemple), aucun échange de  $^{14}\text{C}$  n'est plus possible et ce dernier décroît de façon exponentielle, permettant ainsi la datation du moment où ces éléments se sont retrouvés isolés. L'obtention d'un âge  $^{14}\text{C}$  nécessite cependant un travail de calibration important puisque le taux de production de cet isotope varie dans le temps du fait du cycle du carbone et de la modulation des rayons cosmiques incidents par le champ magnétique terrestre et l'activité solaire. Cet effort continu de calibration est principalement effectué grâce à une combinaison d'approches telles que la dendrochronologie, l'analyse de lacs varvés, et le croisement de méthodes de datation absolue ( $^{14}\text{C}$  et  $^{234}\text{U}/^{230}\text{Th}$ ) sur des spéléothèmes et coraux. Les progrès régulièrement effectués dans la calibration des âges  $^{14}\text{C}$  (*Stuiver et al., 1998 ; Reimer et al., 2004 ; Reimer et al., 2013*) augmentent la justesse et la précision de cette méthode et justifient sa large utilisation. Dans les séries sédimentaires il est ainsi

possible de dater des horizons de diverse nature (foraminifères benthiques, foraminifères planctoniques, coraux, débris organiques d'origines diverses). Néanmoins cette méthode connaît quelques limitations puisque l'obtention d'un âge  $^{14}\text{C}$  demande la connaissance de l'âge réservoir, information qui n'est pas toujours disponible. De plus, cette méthode ne permet pas la datation d'objets plus vieux que 50 ka, compte tenu de la période de demi-vie du  $^{14}\text{C}$ .

Sur la période 0-50 ka mais également au-delà, la datation  $^{234}\text{U}$ - $^{230}\text{Th}$  peut être mise en œuvre pour dresser le cadre chronologique des archives. L' $^{234}\text{U}$  décroît naturellement en  $^{230}\text{Th}$ . Ces deux éléments appartiennent à la chaîne de décroissance radioactive de l'Uranium, débutant avec  $^{238}\text{U}$  et finissant à  $^{206}\text{Pb}$ , dans laquelle un équilibre entre les éléments de cette chaîne se met naturellement en place en fonction des constantes de désintégration de chacun. Certains processus naturels peuvent néanmoins modifier cet équilibre. L'Uranium et le Thorium ont un comportement géochimique distinct vis-à-vis du milieu aqueux : l'uranium se dissout dans l'eau contrairement au thorium. Il en résulte que l'uranium peut être incorporé dans les carbonates lors de leur formation. Le thorium, lui, ne l'est pas (Scholz et Hoffmann, 2008). Dans ces carbonates, le thorium présent est donc intégralement produit par décroissance de l'uranium depuis le moment de leur formation permettant ainsi sa datation. Le chronomètre U-Th est particulièrement bien adapté à la datation des coraux et spéléothèmes. Ces âges U-Th sont utilisés pour caler temporellement les signaux climatiques (e.g.  $\delta^{18}\text{O}$  ou  $\delta^{13}\text{C}$ ) mesurés dans les spéléothèmes (Wang et al., 2001 ; Genty et al., 2003). Waelbroeck et al. (2008) utilisent quant à eux des datations U-Th sur coraux pour obtenir un âge défini à  $\pm 2$  ka pour l'avant-dernière transition glaciaire-interglaciaire. Le chronomètre U-Th admet lui aussi certaines limitations. S'assurer de la fiabilité d'un âge nécessite de vérifier que, d'une part, le système carbonate ne contient pas de  $^{230}\text{Th}$  dans son état initial, et que, d'autre part, ce système est resté clos depuis sa formation (i.e. aucun gain ou perte d'uranium ou thorium). Il a été montré que dans certains cas, les coraux évoluent en système ouvert (Bard et al., 1992 ; Stirling et al., 1995) et que certains processus physico-chimiques peuvent induire des échanges ou modifications chimiques au sein des séries calcaires (processus diagénétiques, dissolution, précipitation,...). Ceci a nécessité la mise au point de modèles prenant en compte ces processus (Thompson et al., 2003 ; Villemant et Feuillet, 2003 ; Scholz et al., 2004). Enfin, du fait de la période de demi-vie du  $^{230}\text{Th}$ , ce chronomètre a une limitation temporelle supérieure que l'on place à 500-600 ka.

Une autre méthode de datation absolue reposant sur le chronomètre K-Ar et adaptée aux produits volcaniques (laves et téphras) peut être appliquée pour contraindre les échelles de temps. Le  $^{40}\text{K}$  contenu dans le magma décroît naturellement en  $^{40}\text{Ar}^*$  (\* pour radiogénique) qui peut s'échapper par dégazage. Lorsqu'une lave ou un téphra refroidit à la surface après une éruption, aucun échange gazeux ne peut plus avoir lieu. Dans ces systèmes fermés, l' $^{40}\text{Ar}^*$  s'accumule dans le réseau cristallin du système. La mesure de cet

$^{40}\text{Ar}^*$  combinée à celle du  $^{40}\text{K}$  restant permet la datation de l'éruption volcanique. Comme les autres méthodes reposant sur la décroissance radioactive, ce chronomètre possède ses propres limites méthodologiques qui seront détaillées plus loin. Cette méthode est d'une bonne complémentarité temporelle avec les méthodes du  $^{14}\text{C}$  et de l'U-Th. L'horloge K-Ar est particulièrement bien adaptée à la datation de téphras qui peuvent être des marqueurs temporels et outils de corrélation précieux. Les téphras sont issus de l'activité explosive de certains volcans. Ils sont constitués de fines projections volcaniques pouvant parcourir de grandes distances par transport aérien avant de se déposer. On peut ainsi les retrouver aussi bien dans des glaces que dans des sédiments. Une fois le téphra identifié dans une série climatique, notamment par les outils de la géochimie élémentaire et isotopique, et daté de manière indépendante, l'âge obtenu apporte une contrainte temporelle supplémentaire à l'échelle de temps de la série climatique. Le groupe INTIMATE, dont le travail vise à la synchronisation des différentes archives climatiques (*Blockley et al., 2012*), utilise ainsi des niveaux de téphras, dont certains tel que le téphra de l'Ignimbrite Campanienne, bien reconnu en Méditerranée, ont été datés par le chronomètre K-Ar (*de Vivo et al., 2001*).

La téphrochronologie permet des corrélations entre archives sédimentaires et glaciologiques. A titre d'exemple, *Davies et al. (2008)* ont pu, sur la base d'analyses géochimiques, identifier le téphra Fugloyarbanki dans 9 carottes d'Atlantique Nord. Des échantillons de carbones prélevés au sein de ces téphras ont été datés par  $^{14}\text{C}$  (*Rasmussen et al., 1996 ; Wastegard et al., 2006*) et délivrent, une fois calibrés (*Fairbanks et al., 2005*) un âge de  $27\,721 \pm 264$  ans BP ( $1\sigma$ ). Ce même téphra a également été retrouvé dans la carotte de glace NorthGRIP. En référence à l'échelle GICC05, son âge est dans ce contexte de  $26\,740 \pm 390$  b2k ( $1\sigma$ ) (*Svensson et al., 2006*). Ces âges sont donc similaires (en prenant une erreur à  $2\sigma$ ) ce qui permet de renforcer la justesse de l'échelle GICC05 au niveau de cet horizon. Ce téphra peut ainsi être utilisé comme point d'ancrage permettant la corrélation d'archives sédimentaires et glaciologiques. Cette corrélation n'est cependant pas globale. *Davies et al. (2008)* précisent ainsi que le téphra Fugloyarbanki ne peut être utilisé comme point d'ancrage qu'entre les différentes archives climatiques de la région de l'Atlantique Nord.

Les isotopes cosmogéniques peuvent également être utilisés comme outil de corrélation et datation.  $^{10}\text{Be}$ ,  $^{36}\text{Cl}$  et  $^{14}\text{C}$  se forment par interaction des rayonnements cosmiques avec les particules de la haute atmosphère (*Lal et Peters, 1967 ; Masarik et Beer, 1999*). L'impact du rayonnement cosmique étant modulé par le champ magnétique terrestre (CMT), le taux de production de ces isotopes est d'autant plus élevé que l'intensité de la composante dipolaire du CMT est faible (*Masarik et Beer, 1999*). En effet la composante non dipolaire décroît rapidement avec la distance par rapport à la Terre et n'a pas d'influence dans la haute atmosphère. Le champ magnétique solaire (*Lal, 1988 ; Masarik et Beer, 1999*) ou une variation du rayonnement cosmique (*Muscheler et al., 2005*) peuvent également impacter le taux de production de ces isotopes. Ces deux facteurs ont des constantes de temps plus courtes que les variations du CMT et il est donc possible par échantillonnage différent des courbes obtenues de les distinguer. Dans l'atmosphère terrestre, le  $^{10}\text{Be}$  est

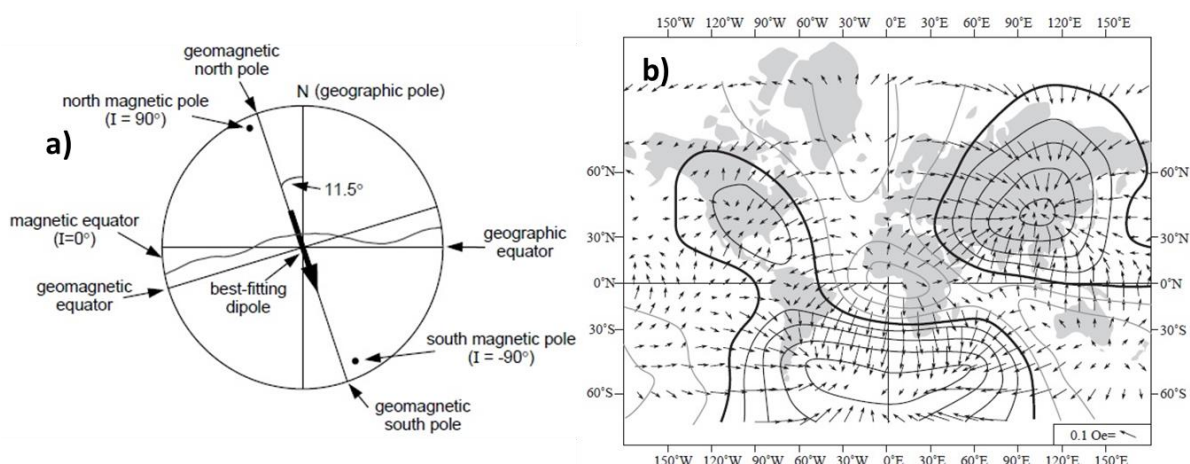
agréé aux aérosols et le  $^{36}\text{Cl}$  transporté sous forme gazeuse (Beer et al., 2002) alors que le  $^{14}\text{C}$  est engagé dans le cycle complexe du carbone. Après un temps de résidence de 1-2 ans (Raisbeck et al., 1981) à 6 ans maximum (Baroni et al., 2011) qui leur permet de se mélanger de manière uniforme autour du globe (Heikkilä et al., 2011), le  $^{10}\text{Be}$  et le  $^{36}\text{Cl}$  sont déposés sur Terre par le biais de précipitations (Beer et al., 2002). Leurs archivages sur Terre sont alors le reflet de la somme de l'influence des trois facteurs : rayonnement cosmique, activité solaire, et composante dipolaire du CMT quel que soit le lieu de dépôt. Ces isotopes sont mesurables dans les glaces ( $^{10}\text{Be}$ ) et dans les sédiments ( $^{10}\text{Be}/^9\text{Be}$ ). La concentration mesurée est normalisée par le taux d'accumulation de la glace pour remonter aux flux et donc au taux de production. Dans les sédiments, le taux d'accumulation est accessible soit par l'excès en  $^{230}\text{Th}$ , soit par la mesure du  $^9\text{Be}$ . Grâce à une relation polynomiale d'ordre 5 reliant le taux de production à l'intensité du CMT en supposant l'énergie solaire constante (Masarik et Beer, 1999), les enregistrements cosmogéniques, qu'ils soient sédimentaires ou glaciologiques, peuvent être convertis en intensité magnétique absolue du dipôle terrestre. De nombreux enregistrements d'isotopes cosmogéniques sont aujourd'hui disponibles, aussi bien pour les glaces (Wagner et al., 2000 ; Muscheler et al., 2004) que pour les sédiments (Frank, 1997 ; Christl et al., 2003 ; Ménabréaz et al., 2012). Ces enregistrements permettent alors de comparer et corrélérer les archives sédimentaires et glaciologiques par le biais d'un outil global : le CMT. Ces enregistrements peuvent fournir des marqueurs temporels pour contraindre une échelle des temps à condition que les fluctuations observées aient été datées par ailleurs. Ainsi, l'évolution en  $^{10}\text{Be}$  de la carotte de glace EPICA Dome C permet de distinguer l'inversion géomagnétique Brunhes-Matuyama et de l'utiliser comme marqueur temporel pour son échelle de temps EDC3 (Parrenin et al., 2007). L'échelle GICC05 a été de la même façon temporellement contrainte par les excursions géomagnétiques de Laschamp et de Mono Lake (Svensson et al., 2006).

Le CMT, enregistré de façon plus ou moins directe dans diverses archives géologiques, peut donc être utilisé pour calibrer les échelles de temps et comme outil de corrélation longue distance et inter-archives (Laj et al., 2000 ; Kissel et al., 2008 ; Laj et al., 2014). Il offre un potentiel d'autant plus important au développement d'une échelle de temps unifiée et robuste que, créée au centre de la Terre, il est indépendant de tout paramètre climatique ou environnemental. Le CMT réunit ainsi l'ensemble des caractéristiques recherchées et constitue donc un des outils les plus adaptés au développement d'une échelle chronostratigraphique fiable.

De nombreuses études ont déjà été réalisées sur l'enregistrement du CMT dans les différentes archives. Elles sont les premiers jalons de l'échelle de temps que nous désirons développer et posent les bases de cette thèse, tout en situant le contexte scientifique dans lequel elle se déroule.

## **I.B) Le CMT comme outil de calibration et corrélation inter-archives**

Le champ magnétique terrestre est assimilé au premier ordre à un dipôle, placé au centre de la Terre, et incliné d'environ  $11^\circ$  par rapport à l'axe de rotation de celle-ci (*Figure 1.2.a*). En plus de cette composante dipolaire, le CMT comprend une composante non-dipolaire, largement variable à la surface du globe (*Figure 1.2.b*).



*Figure 1.2 : a) Le dipôle géomagnétique (d'après Butler, 1992). b) Allure de la composante non dipolaire en 1945 (d'après Butler, 1992).*

En chaque point du globe, le CMT est défini par un vecteur caractérisé par son intensité et 2 composantes directionnelles : la déclinaison (angle dans le plan horizontal entre la composante horizontale du vecteur CMT et le Nord géographique) et l'inclinaison (angle entre la direction du vecteur CMT et le plan horizontal). Le CMT terrestre est « imprimé » dans de nombreuses archives telles que les sédiments, les glaces, les laves, ou encore certains objets archéologiques. L'étude de ces différentes archives a mis en évidence les variations en direction et en intensité du CMT. L'enregistrement de ces variations est à la base des courbes de références retraçant l'évolution de l'intensité du CMT en fonction du temps.

### **I.B.1) Les enregistrements continus du CMT**

Deux types d'archives enregistrent en continu le CMT : les glaces et les sédiments. Il a déjà été montré en I.A.2 comment les isotopes cosmogéniques contenus dans ces archives permettent d'obtenir un tel enregistrement. Dans le cas des sédiments, l'analyse de leur aimantation rémanente permet d'obtenir un enregistrement continu du CMT indépendant de celui obtenu par l'analyse des isotopes cosmogéniques.

Les sédiments marins ou lacustres peuvent contenir des particules magnétiques. Ces particules s'orientent préférentiellement selon la direction du CMT régnant au moment de leur dépôt. Malgré le manque de connaissances exactes des processus d'aimantation des

sédiments (*Verosub, 1977 ; Roberts et Winklhofer, 2004*), il est admis qu'ils sont capables d'enregistrer en continu la direction et l'intensité du CMT pourvu que les caractéristiques physico-chimiques de leur fraction magnétique, porteuse du signal CMT, soient parfaitement connues. En effet, de nombreux processus post-dépôt tels que la bioturbation, la compaction, ou encore les transformations chimiques peuvent intervenir et affecter l'aimantation rémanente des sédiments (*Butler, 1992 pp.50*). De plus, une séquence sédimentaire sera un bon enregistreur du CMT si sa minéralogie magnétique est uniforme en nature et taille de grain sur toute sa longueur (*Tauxe, 1993*). Enfin, les taux de sédimentation sont parfois trop faibles (1-3 cm/an) pour enregistrer certaines variations rapides du CMT (*Roberts et Winklhofer, 2004*). Malgré ces difficultés, la capacité des sédiments à préserver un signal fiable de paléointensité du CMT a été démontrée notamment par la cohérence, au moins sur le long terme, entre des enregistrements magnétiques provenant de carottes issues d'environnements très différents : taux de sédimentation, lithologies, et conditions paléoenvironnementales. Ainsi, les mesures d'intensité sur les sédiments se sont multipliées ces dernières 20 années et ont permis d'obtenir les premières courbes de variations d'intensité magnétique globale par compilation de plusieurs carottes sédimentaires. Ceci a été effectué avec des résolutions temporelles et spatiales variables suivant les séries sélectionnées : basse résolution pour SINT-200 (*Guyodo et Valet, 1996*) et SINT-800 (*Guyodo et Valet, 1999*), haute résolution temporelle en Atlantique nord pour NAPIS-75 (*Laj et al., 2000*), haute résolution temporelle mais très locale pour SAPI-75 (*Stoner et al., 2002*), haute résolution temporelle et globale pour GLOPIS-75 (*Laj et al., 2004*). Ces courbes synthétiques sédimentaires permettent de réduire au minimum l'impact des facteurs environnementaux (e.g. variation du taux de sédimentation, délais à l'acquisition d'aimantation) et des potentielles composantes non-dipolaires du CMT sur l'enregistrement du signal magnétique. Des séries temporelles plus longues (1,5 et 2 Ma) ont également été proposées en s'appuyant sur les méthodes et résultats de celles plus courtes existantes (*Valet et al., 2005 ; Channell et al., 2009*). Ces courbes synthétiques fournissent l'évolution continue de la composante dipolaire du CMT et sont reportées sur des échelles de temps, également de qualité variable.

GLOPIS-75, mise au point par *Laj et al. (2004)*, rassemble les données magnétiques de 24 séries sédimentaires réparties sur l'ensemble du globe et possédant des taux de sédimentation compris entre 5 et 34 cm/ka sur une période de 10-75 ka et un pas d'échantillonnage permettant une résolution temporelle de 500 à 110 ans. Cette étude a bénéficié de l'établissement au préalable de la courbe synthétique NAPIS-75 (*Laj et al., 2000*) basée sur 6 enregistrements détaillés obtenus en Atlantique nord. L'avantage de cette première courbe synthétique est que grâce aux indicateurs climatiques révélant les mêmes variations milléniales que dans les glaces du Groenland (*Kissel et al., 1999*), l'âge précis de la carotte GISP2 (la seule disponible à l'époque) a pu être transféré aux séquences sédimentaires. Les enregistrements de paléointensité des mêmes carottes se sont alors retrouvés en phase les uns avec les autres (sans aucun ajustement supplémentaire) et en phase avec les enregistrements d'isotopes cosmogéniques  $^{10}\text{Be}$  (*Muscheler et al., 2004*) et

$^{36}\text{Cl}$  (Wagner *et al.*, 2000) dans les glaces. Pour GLOPIS-75, les paléointensités obtenues sur l'ensemble des carottes ont été inter-corrélées et reportées dans le référentiel de GISP2 grâce à la corrélation avec NAPIS-75. Les enregistrements ont ensuite été re-échantillonnés tous les 200 ans et normalisés par rapport à une même valeur moyenne de paléointensité. Un processus itératif d'élimination des valeurs aberrantes de paléointensité est alors effectué. Pour chaque horizon mesuré, la moyenne est calculée parmi les données de paléointensité disponibles, et la valeur de paléointensité la plus éloignée de cette moyenne est enlevée. Cette procédure est répétée tant que les valeurs diffèrent entre elles de plus de 1,5%. Lorsque cette précision est atteinte, la valeur moyenne de paléointensité correspondante est conservée. Au final, la valeur de paléointensité à chaque horizon est calculée à partir de 11 à 24 valeurs, les données rejetées ne provenant pas des mêmes carottes ni des mêmes régions (le poids « global » est ainsi conservé). Les données obtenues fournissent ainsi la variation relative de l'intensité du CMT sur l'intervalle de temps 10-75 ka. Pour obtenir les valeurs absolues de l'intensité du CMT, cette courbe a été calibrée en intensité. Pour ce faire, l'excursion géomagnétique du Laschamp, très bien marquée sur GLOPIS-75 et dont la valeur de paléointensité est connue (Roperch *et al.*, 1988 ; Chauvin *et al.*, 1989), a été utilisée comme point d'ancrage autour de 41 ka. Sur la période 0-19,5 ka, la combinaison de données volcaniques et de données archéomagnétiques (limitées à 12,5 ka) permet de terminer la calibration de GLOPIS-75 et de prolonger cette courbe synthétique qui couvre donc la période 0-75 ka.

PISO-1500, courbe synthétique proposée par Channell *et al.* (2009), regroupe les données magnétiques de 13 séries sédimentaires possédant des taux de sédimentation compris entre 1,6 et 24,8 cm/ka sur les derniers 1,5 Ma. Douze des carottes ont été corrélées à la treizième (IODP U1308) dont les enregistrements magnétiques et isotopiques ont été choisis comme référence par les auteurs. La corrélation se fait par intervalle de 1 ka pour le signal  $\delta^{18}\text{O}$  et pour le signal magnétique, en utilisant une méthode mathématique mise au point par Lisiecki *et Lisiecki* (2002), évitant ainsi toute corrélation subjective et permettant d'obtenir une corrélation optimale entre les signaux des 2 carottes. Pour ces corrélations, l'ordre séquentiel des intervalles dans une série sédimentaire et l'ordre séquentiel des valeurs dans un intervalle doivent être conservés. Pour chaque intervalle de 1 ka, une moyenne arithmétique est ensuite calculée sur l'ensemble des valeurs corrélées (de paléointensité et de  $\delta^{18}\text{O}$ ). Le modèle d'âge utilisé est celui de la carotte IODP U1308 (détaillé dans Hodell *et al.* (2008)), construit par utilisation d'âge  $^{14}\text{C}$  jusqu'à 35 ka, puis au-delà par corrélation de son signal  $\delta^{18}\text{O}$  benthique avec 2 signaux références dont principalement celui de LR04 (Lisiecki *et Raymo*, 2005). La calibration des variations relatives d'intensité magnétique en valeurs absolues est effectuée en plaçant la courbe synthétique autour de la valeur moyenne de paléointensité ( $7,46 \cdot 10^{22} \text{ Am}^2$ ) estimée sur les derniers 800 ka (Valet *et al.*, 2005). Cette calibration est complétée en assignant une valeur de 7,5  $\mu\text{T}$  pour le minimum d'intensité magnétique atteint par l'enregistrement de la carotte IODP U1308 de référence lors de l'évènement géomagnétique du Cobb Mountain autour de 1.2

Ma (Nomade et al., 2005 ; Laj et Channell, 2007), suivant les suggestions de Constable et Tauxe (1996).

La courbe synthétique sédimentaire SINT-2000 proposée par Valet et al. (2005) retrace l'évolution en intensité du CMT durant les 2 derniers Ma. Cette dernière est obtenue à partir d'un nombre d'enregistrements sédimentaires variant de 5 à 10 sur la période 0,6-2 Ma. Ces enregistrements magnétiques ont été sélectionnés sur la base d'une résolution temporelle (non précisée par les auteurs) similaire, et de la présence de caractéristiques magnétiques communes. La carotte ODP site 851 couvre les 2 derniers Ma avec un taux de sédimentation moyen relativement constant ne dépassant pas 2.5 cm/ka (Valet et Meynadier, 1993). Ceci lui donne une résolution temporelle au mieux de 1000 ans en supposant que les carottes ont été étudiées par cubes jointifs. Par la technique u-channel associée à des magnétomètres dont les bobines de mesure ont la géométrie « haute résolution », la résolution temporelle est alors de 2000 ans environ (4 cm de résolution spatiale). Cette carotte a été retenue comme référence pour établir une échelle de temps basée sur les variations du  $\delta^{18}\text{O}$ . La corrélation entre les enregistrements a ensuite été effectuée en liant les minima d'intensité magnétique (e.g. les inversions magnétiques) identifiables et communs aux enregistrements magnétiques de chaque carotte. Les signaux magnétiques sont normalisés à une même valeur moyenne. Sur chaque intervalle de 1 ka, les données magnétiques des différentes carottes sont moyennées permettant d'obtenir des variations relatives sur 0,6-2 Ma. Cette courbe est ensuite prolongée vers les périodes plus récentes grâce à SINT-800 (Guyodo et Valet, 1999). Pour ce faire, les 2 courbes sont assignées à une même valeur moyenne sur leur intervalle commun : 0,6-0,8 Ma. La courbe obtenue est appelée SINT-2000. Elle est ensuite calibrée par l'utilisation de valeurs absolues d'intensité magnétique issues de données volcaniques. Pour cela, ces intensités sont moyennées sur des intervalles de 0,1 Ma afin de réduire l'impact de leurs composantes non dipolaires et les imprécisions liées à leurs datations. Ces valeurs moyennes permettent alors d'obtenir la valeur moyenne d'intensité absolue du CMT pour les derniers 0,8 Ma et de l'utiliser pour calibrer SINT-2000.

En comparant les courbes synthétiques GLOPIS-75, PISO-1500 et SINT-2000 (Figure 1.3) on constate que GLOPIS-75 a une résolution temporelle supérieure, dû au taux de sédimentation plus élevé de ses carottes et à une analyse plus fine (tous les 200 ans au lieu de 1000 ans pour les 2 autres). Il semble donc plus judicieux d'utiliser GLOPIS-75 sur la période 0-75 ka. Au-delà, PISO-1500 et SINT-2000 mettent en avant une évolution globalement similaire du signal magnétique. PISO-1500 présente cependant des variations du signal magnétique plus fines que SINT-2000.





*Figure 1.3 : Comparaison des 3 courbes synthétiques sédimentaires GLOPIS-75, PISO-1500, et SINT-2000 sur les 200 derniers ka (sans leurs barres d'erreurs respectives pour plus de lisibilité).*

Il apparaît évident que la précision temporelle de ces courbes synthétiques dépend en grande partie de la précision des échelles sur lesquelles elles ont été placées. GLOPIS-75, placée sur l'échelle de temps glaciologique est la plus précise. Cependant, cette échelle de temps ne va pas au-delà de la glace la plus ancienne au Groenland (123 ka en enregistrement continu précisément daté). Pour les périodes plus anciennes, il a été précédemment expliqué que les échelles souffrent d'une incertitude temporelle significative. De même, de la calibration effectuée par les différents auteurs dépend la justesse des valeurs absolues d'intensité magnétique que fournissent ces courbes. Ces calibrations sont effectuées avec précaution à l'aide de laves et objets archéomagnétiques, enregistreurs ponctuels de l'intensité du CMT. Néanmoins, le peu de points utilisés pour effectuer ces calibrations peut se traduire par une erreur sur les valeurs absolues d'intensité magnétique finales. Pour utiliser le CMT comme outil de calibration et de corrélation inter-archives, une amélioration de la justesse des enregistrements disponibles est donc souhaitable afin de réduire autant que possible les incertitudes liées à l'échelle d'âge et aux valeurs absolues du CMT.

### **I.B.2) Les laves : un outil de calibration du CMT**

A ce jour, deux outils sont disponibles pour calibrer les enregistrements magnétiques archivés dans les sédiments : les laves et les objets archéomagnétiques. Les objets archéomagnétiques rassemblent les artefacts fabriqués par l'homme et riches en minéraux

ferromagnétiques. Ces artefacts sont la plupart du temps des objets en terre ou argile cuite (poteries, porcelaines, briques, céramiques,...). Pour ces 2 porteurs du signal magnétique, le mode d'enregistrement du CMT est le même : les matériaux sont portés à haute température (naturellement dans le cas des laves, artificiellement pour les matériaux archéomagnétiques) au-delà de leur température de Curie et perdent donc toute potentielle aimantation rémanente (ou ne l'ont pas encore acquise pour les laves). Lorsque ces matériaux refroidissent, ils sont soumis au CMT qui oriente les moments de leurs minéraux magnétiques selon sa direction. Les laves et matériaux archéologiques acquièrent ainsi une aimantation thermorémanente stable et proportionnelle à l'intensité du CMT régnant au moment de leur formation. Sous réserve qu'ils n'aient pas été réchauffés ultérieurement, ils constituent un enregistrement ponctuel dans le temps et absolu de l'intensité du CMT régnant au moment de leur formation, comprenant majoritairement la composante dipolaire du champ magnétique (et objet de notre intérêt) et la composante non dipolaire minoritaire (variable dans le temps et l'espace).

Les objets archéomagnétiques ont néanmoins une répartition limitée dans le temps (12 derniers ka). De plus, ces données ont déjà été largement utilisées dans la calibration de GLOPIS-75 (*Laj et al., 2004*). Pour les périodes plus anciennes, ce sont les laves qui fournissent des informations, en échelle absolue, du CMT régnant à un moment donné, à condition que leurs signaux magnétiques n'aient pas été altérés (altération, foudroiement, ré-aimantation par une coulée postérieure). Le signal magnétique résultant et mesuré dans les laves peut comporter une composante non dipolaire, du fait du refroidissement rapide de la lave à l'échelle des temps géologiques. L'enregistrement magnétique des laves n'est alors plus seulement le reflet du CMT dipolaire régnant au moment de son refroidissement. L'évaluation de la contribution de cette composante non dipolaire au signal mesuré constitue la principale difficulté liée à l'utilisation des laves comme outil de calibration d'intensité magnétique, et sera plus longuement abordée dans le Chapitre V.

L'intérêt supplémentaire des laves est qu'elles peuvent être datées via deux méthodes radiométriques : K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . La période de demi-vie du  $^{40}\text{K}$  rend cependant délicate l'utilisation de ces chronomètres aux périodes récentes (âges inférieurs à 10-20 ka). Cependant, les méthodes et dispositifs disponibles aujourd'hui permettent d'atteindre des âges de plus en plus jeunes avec des précisions de plus en plus importantes. Ainsi, *Quidelleur et al. (2001)* ont réussi à dater par K-Ar une lave du Teide (îles Canaries) émise il y a  $800 \pm 300$  ans ( $1\sigma$ ). *Renne et al. (1997)* ont quant à eux utilisé l' $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  pour dater une éruption du Vésuve (Italie) ayant eu lieu il y a  $1925 \pm 94$  ans. Ces études sont respectivement effectuées sur une grande quantité de feldspath alcalins (3g) et sur des sanidines (K > 10%), ce qui leur a permis d'atteindre des âges aussi jeunes.

Une étude combinant la géochronologie et paléomagnétisme peut donc fournir des couples âge-paléointensité représentatifs du CMT régnant au moment de la solidification

des laves. Ces dernières semblent constituer un outil à fort potentiel pour calibrer les incertitudes d'âge et d'intensité absolue des courbes synthétiques sédimentaires.

A ce jour, l'utilisation combinée de la géochronologie et du paléomagnétisme a déjà permis de contraindre de nombreuses inversions et excursions du Quaternaire (*Singer, 2014*). Néanmoins ces couples âge-paléointensité sont en nombre trop restreint. L'excursion géomagnétique du Laschamp a fait l'objet de nombreuses études paléomagnétiques (*Roperch et al., 1988 ; Chauvin et al., 1989 ; Mochizuki et al., 2006 ; Laj et al., 2014*) et géochronologiques (*Guillou et al., 2004c ; Cassata et al., 2008 ; Singer et al., 2009 ; Laj et al., 2014*) qui ont fourni un couple âge-paléointensité robuste, fiable, et désormais utilisé comme point d'ancrage temporel et de corrélation à grande échelle. Il est ainsi pris comme référence pour dater la transition Paléolithique Supérieur/ Paléolithique Moyen (*Blockley et al., 2008 ; Fedele et al., 2008*). Il a également été utilisé comme point de référence pour confirmer la précision temporelle de l'échelle GICC05 (*Svensson et al., 2006*), et les échelles d'âge de la glace antarctique (*Parrenin et al., 2007*).

Cette large utilisation de l'excursion du Laschamp comme point de calibration et de corrélation encourage la poursuite de ce type de travaux sur des périodes plus anciennes. C'est dans ce contexte que cette étude se propose, en couplant le paléomagnétisme et les datations, d'obtenir de nouveaux points pouvant être ajoutés à la base de données, afin de compléter celle-ci en points bien contraints. Pour ce faire, il a été choisi de cibler l'intervalle de temps 20-200 ka, et de se focaliser sur des laves mises en place à des périodes de temps correspondants à de potentielles excursions et/ou des minima ou maxima du CMT lors de cette période. De nombreux extrema existent sur notre période d'étude et 4 excursions géomagnétiques sont identifiées et reconnues (*Laj et Channel, 2007*) : le Mono-Lake (~33ka), le Laschamp (~40 ka), le Blake (~120 ka) et l'Iceland Basin (~190 ka). Ces épisodes de variations brèves et importantes d'intensité du CMT sont ainsi relativement bien documentés sur les courbes d'enregistrement continu du CMT. Ceci facilite les corrélations entre archives magnétiques.

## **Chapitre II : Cadre général et échantillonnage**

Je décrirai dans cette partie les sites géologiques étudiés lors de cette thèse, et les campagnes d'échantillonnage.

Les sites d'étude ont été sélectionnés d'après la pertinence de leurs âges disponibles dans la littérature par rapport à des excursions géomagnétiques et/ou simplement au spectre de variabilité de l'intensité du champ magnétique terrestre lors des derniers 200 000 ans. Suivant cette approche ce sont 2 chantiers, les îles Canaries et l'Ardèche, qui ont été étudiés. Un échantillonnage a alors été réalisé non seulement pour le volet paléomagnétique de cette thèse mais également pour le volet datation.

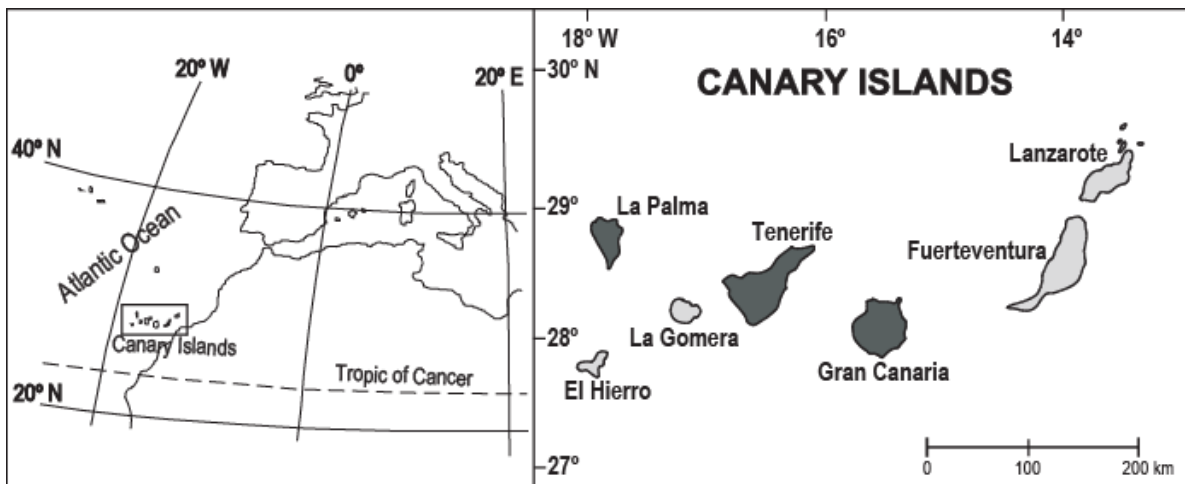
Dans le cadre de la collaboration existant depuis une vingtaine d'années entre le LSCE et les volcanologues canariens, de nombreux âges ont été obtenus ayant pour but de comprendre les mécanismes d'édification et d'évolution de ces îles. Grâce aux travaux publiés par *Guillou et al. (1996 ; 1998 ; 2004b)* et *Carracedo et al. (2007)* sur le volcanisme canarien, de nombreux âges K-Ar étaient disponibles au début de cette thèse. C'est cette base de données géochronologiques qui a guidé le choix des sites canariens étudiés.

Le volcanisme ardéchois a également été choisi car la gamme d'âge de sa mise en place, contrainte par thermoluminescence (*Guérin et Gillot, 2007*), est comprise dans l'intervalle 0-200 ka. Ce chantier représente un défi méthodologique en ce qui concerne la datation K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . En effet, les xénolites sont très importants en nombre et en taille dans les laves ardéchoises (*Berger 1973, 1981*) et, comme le soulignent *Guérin et Gillot (2007)*, cela rend leur datation par les isotopes de l'Argon relativement complexe.

### **II.A) Les îles Canaries**

#### **II.A.1) Contexte géographique et géologique**

Les îles Canaries sont situées à une centaine de kilomètres des côtes du Maroc, à proximité de la marge continentale du Nord-Ouest de l'Afrique. Cet archipel, majoritairement constitué de roches ignées, se compose de 7 îles réparties sur une surface de 500 x 200 km (*Figure II.1*).



*Figure II.1 : Localisation des îles Canaries. En gris foncé, les îles dans lesquelles nos sites d'étude sont localisés (modifié d'après Guillou et al., 2004b).*

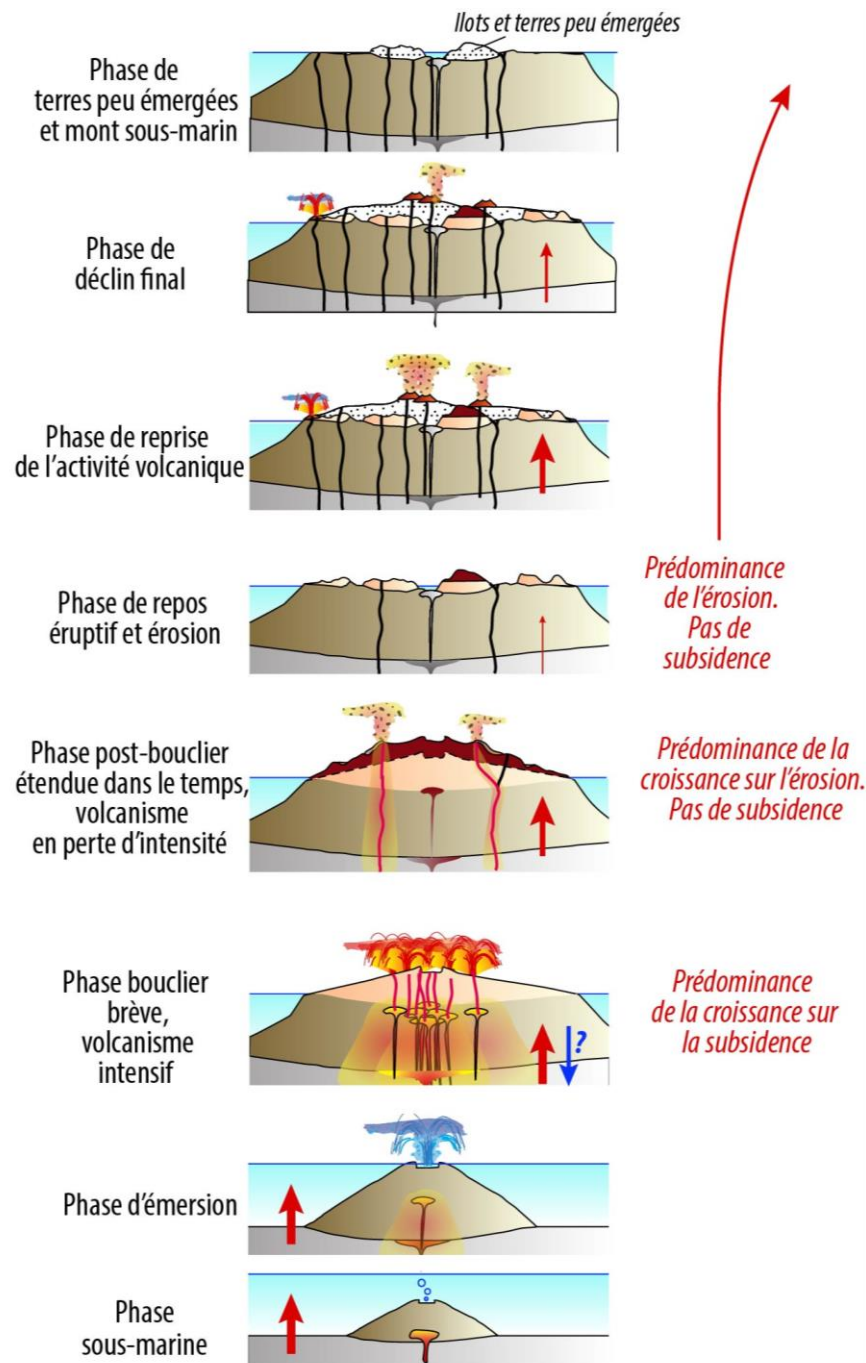
### **III.A.1.a) Une origine controversée**

Le début de l'activité volcanique est daté à environ 39 Ma (Coello et al., 1992). Parmi les hypothèses envisagées pour la formation de l'archipel canarien, celle prévalant à ce jour est une remontée de magma au niveau d'une lithosphère peu résistante. Ce magma se serait par la suite propagé le long de l'interface entre la croûte continentale et la croûte océanique. Puis, l'activité ponctuelle du point chaud canarien combinée à un lent mouvement de la plaque Africaine vers l'Est, aurait achevé de façonner le faciès actuel des îles (Carracedo et al., 1998). Cette hypothèse du point chaud en interaction avec une plume mantellique est reprise par Anguita et Hernan (2000) et Geldmacher et al. (2005) et semble, à ce jour, la plus probable puisqu'elle permet d'expliquer l'ensemble des phénomènes observés au niveau des îles Canaries.

### **III.A.1.b) Des caractéristiques communes à l'ensemble de l'archipel**

Bien que chaque île possède une histoire et des caractéristiques propres, certains éléments se retrouvent à l'échelle de tout l'archipel.

En premier lieu, ces îles présentent des similarités dans leur mode d'édification. En effet, elles sont issues d'une activité volcanique s'étalant sur plusieurs millions d'années (excepté pour La Palma et El Hierro, les plus jeunes). Les étapes de développement des îles suivent un schéma similaire illustré dans la Figure II.2.



*Figure II.2 : Phases de mise en place des îles canariennes (modifié d'après Carracedo, 2011).*

Les étapes d'édification peuvent se résumer en 2 phases principales (Carracedo et al., 1998). La première correspond à la construction d'un volcan bouclier. Cette phase se traduit par une activité volcanique intense aboutissant à la mise en place de 90% du volume de l'île et de ses caractéristiques morphologiques principales. La seconde phase est la reprise de l'activité volcanique (bien plus modérée que lors de la mise en place du bouclier) après une phase de quiescence et d'érosion.

Ces îles présentent également des similarités morphologiques liées à 2 caractéristiques tectonico-volcaniques (*Carracedo, 1994*). La première est la présence de zones de rift ou d'ensembles de conduits éruptifs alignés de type rift (*Carracedo, 1994, 1999*). La genèse de ces zones de rift est liée à la combinaison d'une remontée magmatique pendant la croissance du volcan et de mouvements tectoniques. Selon la nature de cette combinaison, différents types de rifts sont observés, chacun impactant différemment le paysage (*Table 1, Carracedo, 1994*). La deuxième caractéristique est la présence de dépressions appelées calderas. L'instabilité gravitationnelle croissante le long des pentes du volcan combinée à une accumulation de contraintes sur ses flancs (dykes, superposition de matériel volcanique) et à la brève, mais colossale, énergie libérée par une éruption peut générer un affaissement aboutissant à la création d'une caldera (*Carracedo, 1994*).

Parmi les 7 îles que compte aujourd'hui l'archipel, 3 ont été retenues pour une campagne d'échantillonnage : Tenerife, La Palma et Grande Canarie. Les sites étudiés sont des coulées isolées correspondant aux dernières phases d'activité de ces îles (< 1 Ma).

## **II.A.2) Echantillonnage des îles Canaries**

L'échantillonnage des blocs nécessaires à la datation a été réalisé au préalable et seul l'échantillonnage paléomagnétique a été effectué dans le temps de cette thèse. Le protocole d'échantillonnage étant le même pour chaque campagne, il sera décrit plus longuement dans la partie II.B.3 de ce chapitre.

Les campagnes d'échantillonnage ont été supervisées par J.C. Carracedo et F.J Pérez Torrado, tous deux spécialistes du volcanisme canarien.

L'objectif étant d'obtenir des points d'ancrage temporels, l'échantillonnage s'est focalisé sur des coulées facilement identifiables et repérables sur le terrain. Ainsi, 18 coulées ont été sélectionnées. Leurs coordonnées GPS sont reportées dans l'*Annexe 1*.

### **II.A.2.a) Tenerife**

#### **II.A.2.a.1) Présentation de Tenerife**

Tenerife se situe au centre des îles Canaries. De forme triangulaire, c'est la plus grande île de l'archipel (2058 km<sup>2</sup>) et son sommet, le Teide, culmine à 3718 m (*Ancochea et al. 1990*). Tenerife est la seule des 7 îles à être au stade ultime son développement :

certaines îles à l'Ouest de l'archipel (El Hierro et La Palma) n'ont pas encore atteint ce stade, d'autres à l'Est l'ont dépassé et sont dans un état d'érosion avancé (*Guillou et al., 2004a*).

L'activité volcanique de Tenerife a débuté il y a 11,9 Ma par la mise en place en 3 phases successives et indépendantes de 3 volcans boucliers (*Guillou et al., 2004a*). Le premier a été le volcan Roque del Conde (11,9-8,9 Ma), puis le Teno (6,4-5,1 Ma) et Anaga (4,9-3,9 Ma). Une période de quiescence de 2-3 Ma s'en est suivie pendant laquelle l'érosion a été le principal acteur des changements morphologiques. L'activité volcanique a repris avec la mise en place du large volcan central Las Cañadas. Vers 200 ka, le sommet de ce volcan s'est effondré laissant place à la caldera Las Cañadas (*Carracedo et al., 2007*). La phase volcanique consécutive à cet effondrement est la plus récente de l'île, et donc celle qui présente un intérêt dans le cadre de cette thèse.

Pendant cette période, l'activité volcanique se développe le long de fissures (zone de rifts). Durant ce volcanisme fissural, le volcan Teide s'est développé au sein de la caldera Las Cañadas. Lors des 150 derniers ka l'activité du Teide a ralenti. Les éruptions devenant moins fréquentes, les laves émises sont géochimiquement plus différenciées. Vers 30 ka, des éruptions de laves phonolitiques ont complété la construction du Teide. Depuis, la hauteur atteinte par le Teide a favorisé la migration de l'activité volcanique le long d'un rift orienté Nord-Ouest, ce qui a engendré la construction de dômes parasites (e.g. le Pico Viejo, dont la principale phase de croissance a pris fin vers 17 ka). Les hauteurs atteintes par ses édifices ont par la suite favorisé des déplacements latéraux de magma, provoquant des coulées de lave à leur base (*Carracedo et al., 2007*). La dernière éruption du Teide remonte à 1150 BP et la plus récente enregistrée sur l'île date de 1909 (*Carracedo, 2006 ; Carracedo et al., 2007*). La *Figure II.3* ci-après résume l'activité volcanique de Tenerife lors des derniers 200 ka.



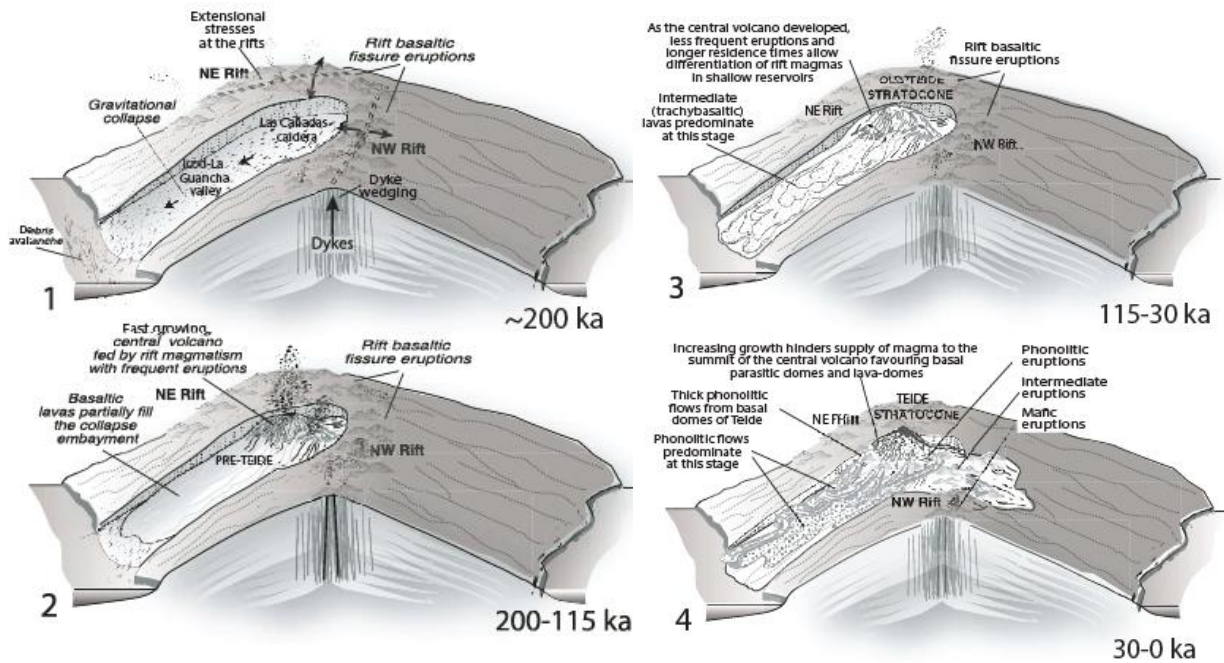
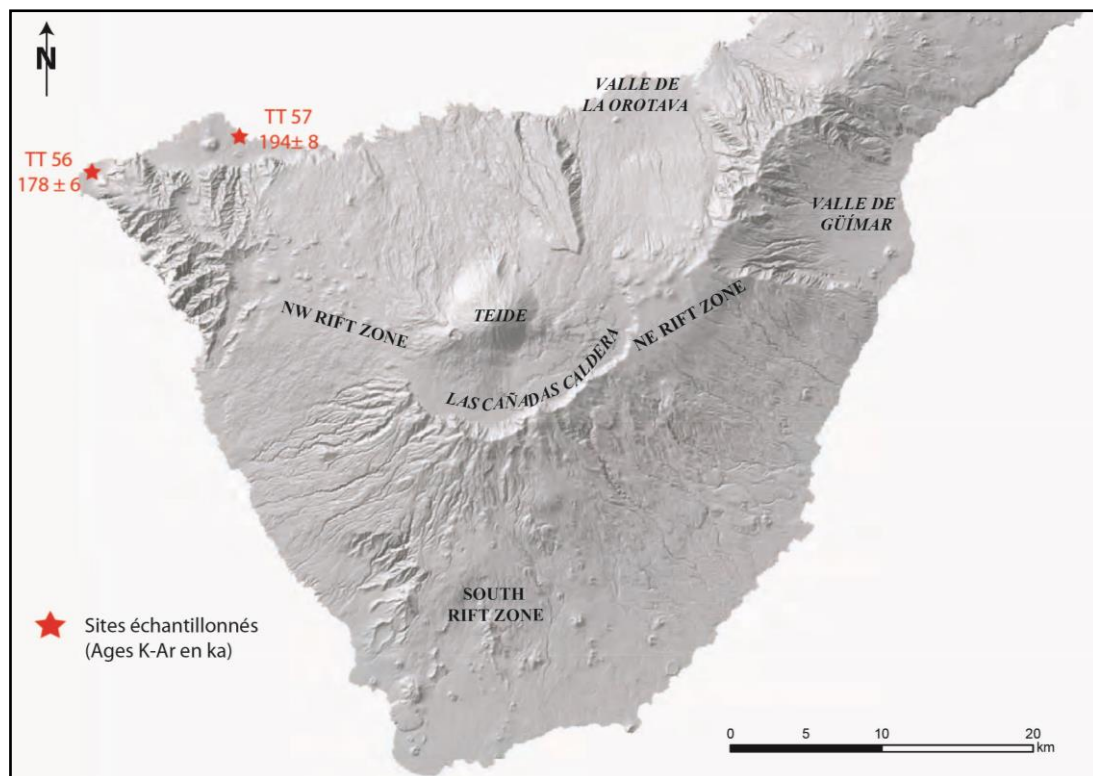


Figure II.3 : Activité volcanique de Tenerife lors des derniers 200 ka (d'après Carracedo et al., 2007).

#### II.A.2.a.2) Localisation des échantillons de Tenerife

Seules 2 coulées ont été échantillonnées à Tenerife : TT56 (14 carottes) et TT57 (12 carottes). Situées toutes 2 sur le littoral Nord-Ouest de l'île, elles sont respectivement datées par K-Ar à  $178 \pm 6$  et  $194 \pm 8$  ka (Carracedo et al., 2007). Ce sont des coulées épaisses de 2-3 m. Ces laves ont des compositions de basalte alcalin. Elles sont massives, dépourvues d'enclaves avec peu ou pas de signes d'altération. Les positions de ces 2 sites et leurs âges K-Ar sont reportés sur la Figure II.4.



*Figure II.4 : Localisation des sites échantillonnés sur Tenerife (carte modifiée d'après Carracedo et al., 2007).*

## **II.A.2.b) La Palma**

### **II.A.2.b.1) Présentation de La Palma**

La Palma est située dans la partie occidentale de l'archipel canarien. Elle s'étend sur une superficie de 708 km<sup>2</sup> et culmine à 2426 m (Roque de los Muchachos). Cette île est l'une des plus jeunes de l'archipel et est celle qui croît le plus rapidement (Carracedo et al., 1999a). Stratigraphiquement, l'île de La Palma comprend 3 principales unités (Carracedo et al., 1999 a,b) (Figure II.5). La première unité est l'édifice basal, essentiellement sous-marin. Suite au soulèvement de cet édifice par basculement, des laves aériennes ont recouvert cette base. Ainsi, la mise en place du volcan Taburiente et son activité ont abouti à la formation de la partie Nord de l'île entre 1,7 et 0,5 Ma (Guillou et al, 2001). Les volcans Taburiente et Cumbre Nueva forment aujourd'hui la majeure partie de la masse de l'île (Guillou et al., 1998). Durant les derniers 500 ka, l'activité volcanique a migré et s'est concentrée essentiellement dans la partie Sud de l'île (volcan Cumbre Vieja) où de nombreuses éruptions récentes ont eu lieu (dont celle de 1949 que nous avons étudiée). La Palma est actuellement dans le stade bouclier (Guillou et al., 1998).

La Cumbre Vieja, (altitude 2000 m, volume subaérien : 125 km<sup>3</sup>) constitue la zone d'intérêt de cette thèse. Carracedo et al. (1999a) estiment que sa mise en place a débuté par une croissance rapide entre 125 et 80 ka puis s'est poursuivie avec une activité volcanique de rift modérée entre 80 et 20 ka qui s'est de nouveau intensifiée entre 20 et 7 ka. Depuis l'activité volcanique s'est ralentie même si de nombreuses coulées historiques sont identifiables (Figure II.5.D).

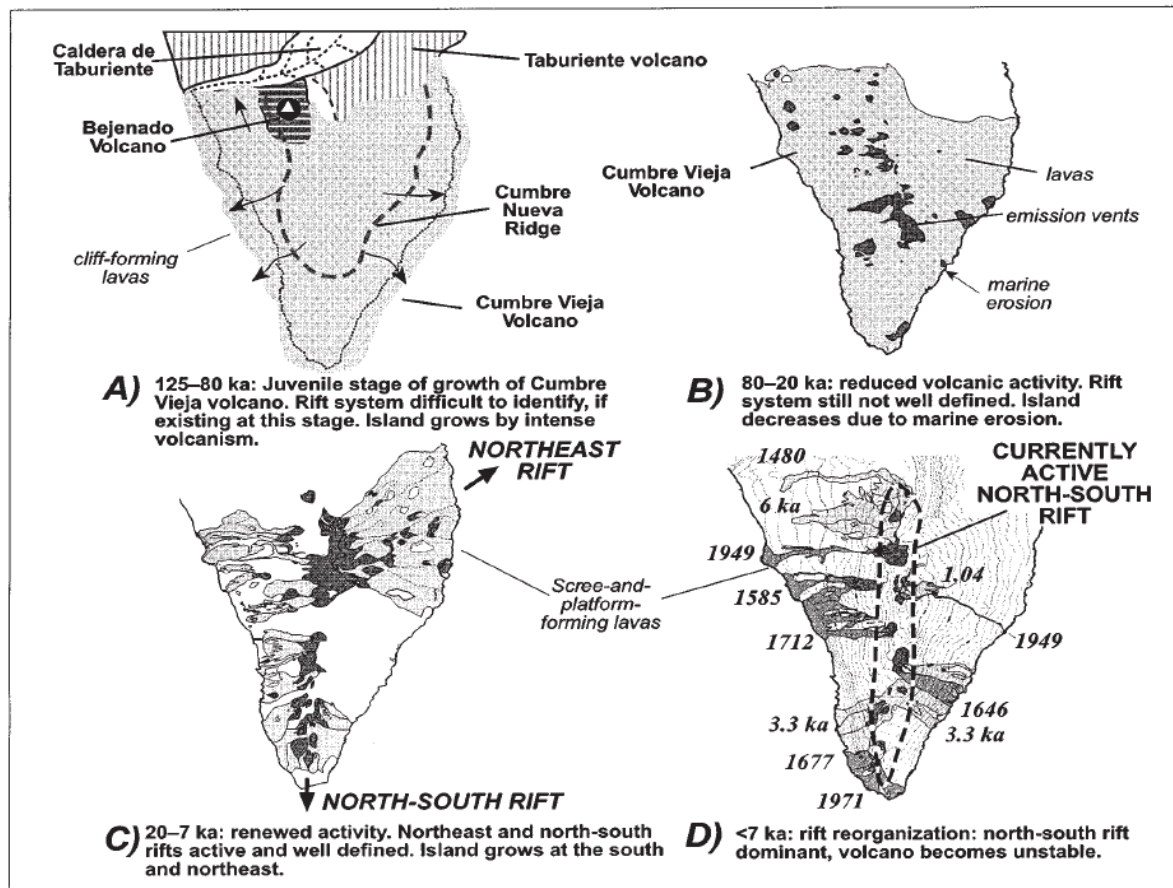


Figure II.5 : Volcanisme du Cumbre Vieja lors des dernier 125 ka (d'après Carracedo et al., 1999a).

Les volcans de la Cumbre Vieja sont principalement formés de laves alcalines (basanites, basaltes alcalins, téphrites, basaltes trachytiques) et de dômes phonolitiques épars (Guillou et al., 1998).

#### II.A.2.b.2) Localisation des échantillons de La Palma

Les sites étudiés à La Palma sont répartis le long de la Cumbre Vieja, à moins de 3 km des côtes. Huit sites ont été échantillonnés : 6 proches de la côte Ouest et 2 proches de la



côte Est (dont la coulée historique mise en place en 1949). Huit des neuf coulées étudiées ont été datées par *Guillou et al. (1998)* et couvrent la gamme d'âge 26 - 123 ka. La dernière est la coulée historique de 1949. Les coulées se présentent sous forme d'affleurements dont l'épaisseur peut varier de quelques centimètres à une dizaine de mètres et la longueur de quelques mètres à une bonne trentaine de mètres. Les laves qui les composent sont des basaltes possédant peu ou pas d'enclaves (de socle ou manteau) et peu de vésicules (excepté pour le site LPR09). Les positions de ces sites et leurs âges K-Ar sont reportés dans la Figure II.6.

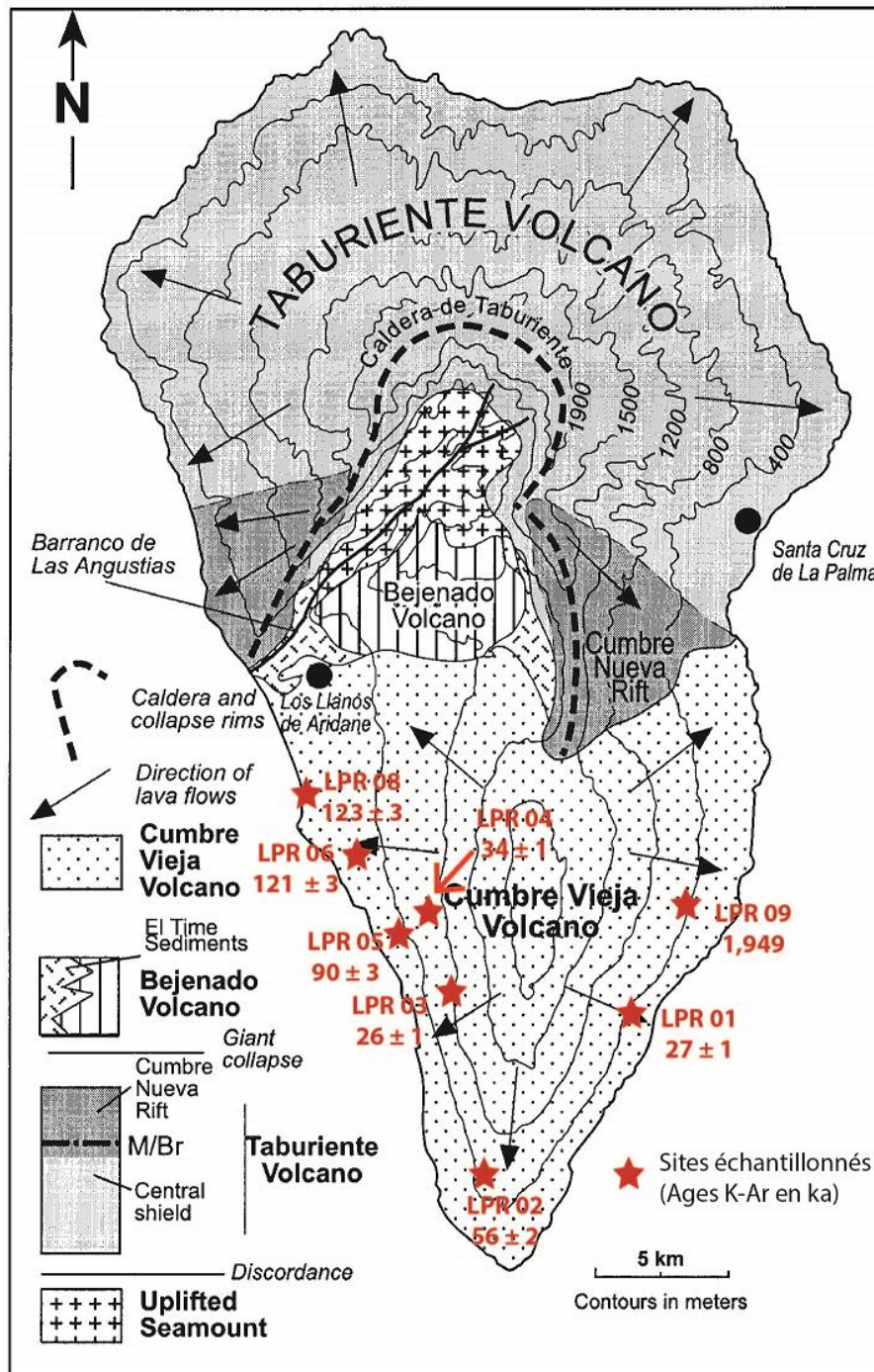


Figure II.6 : Localisation des échantillons et principales unités de la Palma (modifié d'après Carracedo et al., 1999a).

## **II.A.2.c) Grande Canarie**

### **II.A.2.c.1) Présentation de Grande Canarie**

L'île de Grande Canarie est située au centre de l'archipel (*Figure II.1*). De forme subcirculaire et possédant un diamètre d'environ 40 km, elle culmine à 1949 m au-dessus du niveau de la mer (Pico del Pozo de las Nieves).

*Guillou et al. (2004b)* résument les étapes de mise en place de cette île en combinant et complétant l'étude géochronologique de *van den Bogaard et Schmincke (1995)* et le travail de *Pérez-Torrado et al. (1995)*. Ainsi, la première phase d'édification, de 14,5 à 8 Ma, comprend la mise en place du volcan bouclier, l'effondrement gravitaire avec mise en place de la caldera et la reprise de l'activité volcanique après l'effondrement. L'activité volcanique cessant vers 8 Ma, une période d'érosion d'environ 3 Ma débute pour Grande Canarie. Vers 5 Ma, l'activité volcanique reprend avec la mise en place du stratovolcan Roque Nublo et son développement. Cette phase s'étend jusqu'à environ 2,8 Ma. En parallèle, vers 3,5 Ma, l'activité volcanique se développe le long des zones de rifts. Suite à cette intense période de rifting, l'activité volcanique se disperse spatialement, ce qui aboutit à la création de nombreuses plateformes sur l'île. Cette activité se poursuit jusqu'à 1,4 Ma. Après une période de calme, l'activité volcanique reprend vers 0,7 Ma avec la mise en place des coulées récentes.

Seules les coulées récentes (< 0,7 Ma) constituent un intérêt dans le cadre de cette thèse. Elles sont localisées dans le quart Nord-Est de l'île tel qu'illustré dans la *Figure II.7* (Recent Volcanoes). Ces coulées sont issues d'une activité volcanique de rift, dispersée aussi bien dans le temps que l'espace et ayant lieu au niveau de fissures et conduits éruptifs. Les produits volcaniques, émis de manière très localisée, sont des basaltes avec peu ou pas d'enclaves.

### **II.A.2.c.2) Localisation des échantillons de Grande Canarie**

Huit coulées ont été étudiées et couvrent la gamme d'âge 49 - 276 ka (âges K-Ar issus de *Guillou et al., 2004b*). Les positions des sites échantillonnés et leurs âges K-Ar sont précisés sur la *Figure II.7*. Ces coulées sont émises de manière éparse et sont faites de basaltes alcalins types basanites, de phonolithes et de téphrites.

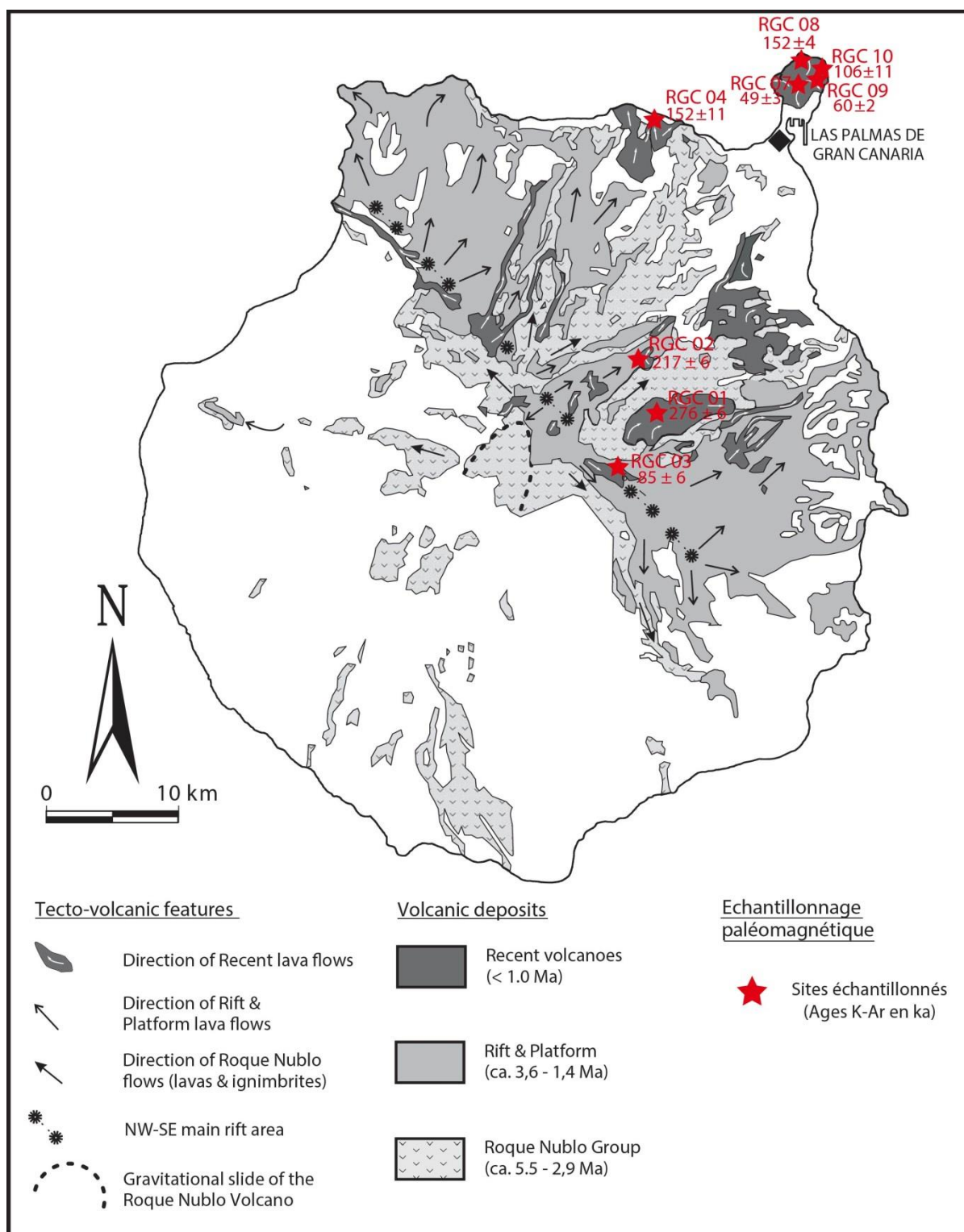


Figure II.7 : Localisation des sites échantillonnés sur Grande Canarie (modifié d'après Guillou et al., 2004b).

Les coulées échantillonnées sur Grande Canarie peuvent se regrouper en 2 zones géographiques :

- Les coulées localisées en altitude (*Figure II.8*) : elles sont situées en bord de route, sous forme d’affleurement de 5 à 25m de long, sur 1 à 4,5m d’épaisseur (sites RGC01, RGC02 et RGC03).
- Les coulées situées sur le littoral (*Figure II.8*) : 2 sont des affleurements (sites RGC08 et RGC10), les 3 autres sont des coulées formant des plateformes (RGC04, RGC07 et RGC09). Ces laves ont également plus de vésicules que celles échantillonnées en altitude (excepté pour le site RGC10).



*Figure II.8 : A gauche, le site RGC02, un effleurement de montagne. A droite, la coulée RGC04 située sur la côte et formant une plateforme.*







de ces laves à partir de magmas identiques. Enfin, d'après ces mêmes auteurs, l'absence de laves différenciées tend à valider l'hypothèse d'un faible temps de résidence du magma au sein de la croûte.

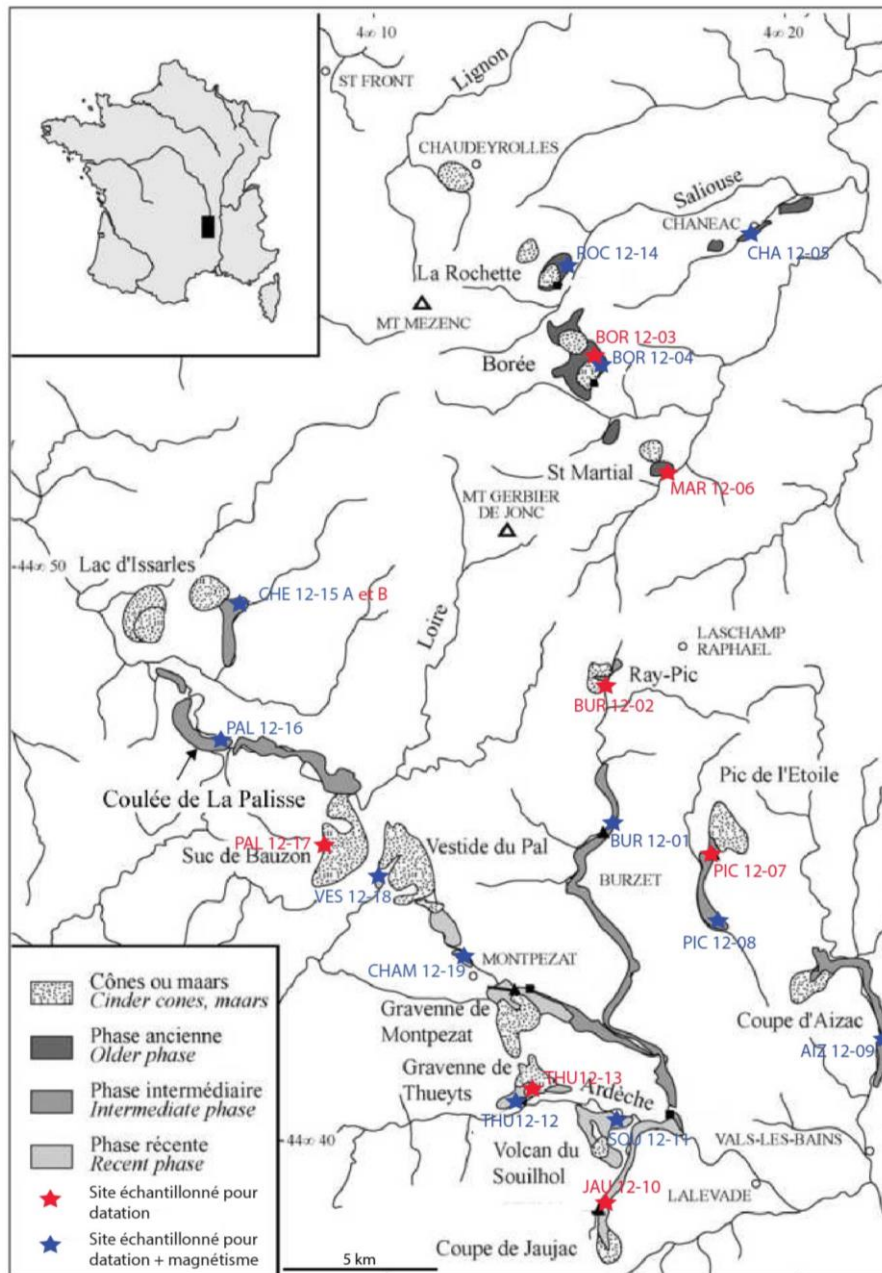
La chronologie des événements volcaniques du Bas-Vivarais demeure aujourd'hui encore assez imprécise. En effet jusqu'à ce jour, l'utilisation de méthodes radiométriques classiques (K-Ar et  $^{14}\text{C}$ ) reste une opération épineuse. Ainsi, la gamme d'âge des édifices volcaniques dépasse souvent la limite méthodologique du  $^{14}\text{C}$  (environ 40 000 ans). De plus, l'abondance des enclaves du socle et du manteau, porteurs potentiels d'excès d'argon, rend l'utilisation du chronomètre K-Ar très délicate. *Guérin et Gillot (2007)* ont néanmoins réussi à fournir une gamme d'âge à ces événements volcaniques par utilisation de la thermoluminescence. L'activité du Bas-Vivarais se décomposerait ainsi en 3 phases datées à  $45400 \pm 3200$  ans,  $78800 \pm 5300$  ans, et  $166000 \pm 15000$  ans. L'ensemble de l'activité du Bas-Vivarais semble donc se situer dans la gamme d'âge abordée dans cette thèse.

### **II.B.2) Localisation des échantillons**

Comme pour les îles Canaries, ce sont des coulées isolées qui ont été étudiées. Leur sélection a été effectuée grâce aux cartes géologiques existantes et aux études préalablement réalisées en Bas-Vivarais (*Berger 1973, 1981 ; Rochette et al., 1993 ; Guérin et Gillot, 2007 ; Boiron, 2011*). Les sites d'échantillonnage retenus s'étendent sur une zone d'environ 30 km (Nord-Sud) sur 20 km (Est-Ouest). Ce secteur d'étude est représenté sur la *Figure II.10*.

Deux campagnes d'échantillonnage ont été organisées. La première en Juin 2012 a permis de confirmer la sélection préalable des sites et de prélever 20 échantillons, provenant de 15 coulées apparemment différentes, en vue de datations. Ces dernières ont abouti à l'obtention de 19 âges K-Ar puisqu'un site s'est révélé trop altéré pour fournir un résultat fiable (site CHE12-15B). Sur la base de ces premiers âges, une seconde campagne a été organisée en Avril 2013 et a permis de procéder à l'échantillonnage paléomagnétique. Cependant, certains sites échantillonnés lors de la première mission ne l'ont pas été pendant la seconde, et ce pour plusieurs raisons : affleurement inaccessible avec le matériel de forage (site JAU12-10), 2 échantillons pris sur la même coulée fournissant un âge K-Ar identique (e.g. sites PAL12-16 et PAL12-17), ou encore roche trop friable pour obtenir une carotte (site MAR12-06). Un total de 12 coulées différentes, ont été échantillonnées lors de la seconde mission.

Les positions des sites échantillonnés lors des 2 campagnes sont reportées dans la *Figure II.10*. Les coordonnées exactes de ces sites sont fournies dans l'*Annexe 1*.



*Figure II.10 : Localisation des sites ardéchois échantillonnés (modifié d'après Guérin et Gillot, 2007).*

Les sites diffèrent beaucoup entre eux. Tout d'abord ils se situent à des altitudes variant de 400 à 1150 m environ. Ensuite, l'épaisseur des coulées est très hétérogène. Ainsi pour certains sites il peut s'agir de véritables falaises de basaltes d'une trentaine de mètres de haut sur une cinquantaine de long, alors que d'autres sont de petits affleurements en bord de route, longs de quelques mètres et d'épaisseur à peine un mètre (*Figure II.11*). La morphologie des coulées est également très variable. Certaines sont prismées et dessinent de magnifiques colonnades (e.g. AIZ12-09, THU12-12), alors que d'autres présentent un débit en large blocs du fait d'une prismation plus frustrée (SOU12-11) (*Figure II.11*).



*Figure II.11 : A gauche le site AIZ12-09, long de plusieurs dizaines de mètres, dont les colonnades et pseudo-colonnades s'élèvent à une trentaine de mètres. A droite, le site SOU12-11 fait d'une coulée plus petite, non prismée, affleurant sur quelques mètres et haut d'à peine un mètre.*

### **II.B.3) Processus d'échantillonnage**

L'échantillonnage est particulièrement important puisqu'il permet de choisir la matière première des échantillons qui seront analysés. En effet, les analyses et technologies les plus fines ne pourront donner un résultat convenable si le support de ces analyses est de faible qualité. Cette partie présente la manière dont les échantillons ont été sélectionnés puis prélevés sur le terrain.

#### **II.B.3.a) Echantillonnage géochronologique**

De manière générale, seuls les blocs peu ou pas altérés et possédant peu ou pas d'enclaves sont sélectionnés. Pour l'Ardèche, tous les sites étudiés possèdent des enclaves. Les blocs présentant le moins d'enclaves possible ont donc été choisis. Le contrôle de l'état de fraîcheur de la roche et l'analyse des enclaves se fait sur le terrain par observation macroscopique. Ce contrôle est ensuite complété en laboratoire par des observations microscopiques.

Sur le terrain, un bloc éloigné de la base et du sommet de la coulée est repéré. Il est ensuite débité à la masse puis examiné. S'il contient trop d'enclaves et présente des signes d'altération, il est rejeté. Dans le cas contraire il est conservé, et les parties périphériques, potentiellement plus altérées, sont enlevées. Un échantillon de 1-2 kg est ainsi obtenu.

La position géographique de l'échantillon est relevée par GPS. Un schéma de l'affleurement est réalisé et des photos sont prises.

### **II.B.3.b) Echantillonnage paléomagnétique**

En premier lieu, il convient de contrôler l'état de fraîcheur de la roche. Ainsi, pour chaque affleurement, les zones les plus altérées (risque de détérioration des porteurs de l'aimantation) et fissurées (risque de casser la carotte lors du forage) sont écartées. Parallèlement, un contrôle au gradiomètre permet de repérer d'éventuels événements ayant pu modifier l'aimantation de la roche (e.g. dynamitage, foudroiement). Dans une telle situation l'aimantation de la roche ne représente plus l'aimantation primaire acquise lors de son refroidissement, information que l'on recherche. Ce gradiomètre, passé le long de l'affleurement, permet de localiser ces anomalies. Un gradient fort en un point (détecté par l'affichage d'une valeur de saturation au gradiomètre et émission d'un signal sonore plus important) par rapport au reste de la coulée correspond à une zone où l'aimantation a été potentiellement altérée. Cette zone de l'affleurement est à bannir de tout échantillonnage.

Une fois ces vérifications terminées, les zones à forer sont marquées. Dans la mesure du possible, il est préférable d'éviter de forer le haut ou le bas de la coulée (altération, ré-aimantation par une coulée déposée ultérieurement). De plus, afin d'obtenir les carottes les plus représentatives possibles de la coulée, ces dernières sont forées à plusieurs endroits le long du site. Leur espacement varie ainsi de quelques centimètres à plusieurs mètres.

Les carottes (25 mm de diamètre) sont obtenues au moyen d'une perceuse possédant un foret amagnétique muni d'une couronne diamantée. Cette couronne est refroidie en continu par de l'eau lors du forage. Les carottes sont ensuite orientées à l'aide d'un appareil à orientation qui s'emboîte autour d'elles alors qu'elles sont encore en place dans la roche. Ce dispositif est composé :

- D'une boussole permettant de définir l'azimut magnétique de la carotte, à savoir l'angle dans le plan horizontal entre la direction de l'axe de la carotte et le Nord magnétique. La direction obtenue est la génératrice de la carotte qui servira de repère dans les expériences de désaimantation thermique et paléointensité.
- D'un clinomètre permettant de mesurer le pendage de la carotte, à savoir l'angle entre la direction de l'axe de la carotte et le plan horizontal.
- Un compas solaire qui permet de définir l'azimut solaire (lorsque les conditions d'ensoleillement permettent d'y accéder). L'heure de la mesure est notée ce qui permet en intégrant la déclinaison du soleil disponible dans la littérature de calculer le « vrai » azimut de la carotte. Ceci constitue donc, avec l'azimut magnétique, une double lecture mais aussi permet de quantifier une éventuelle anomalie magnétique locale et/ou régionale.

La précision des mesures obtenues avec un tel dispositif est de l'ordre de 2°. Ces mesures sont indispensables puisqu'elles servent à calculer les paramètres initiaux nécessaires aux mesures de désaimantation thermique et de paléointensité.

Une fois l'orientation achevée, une marque est faite sur le sommet de la carotte pour repérer la trace du plan vertical aligné avec l'azimut. La carotte est cassée à sa base, extraite, et une génératrice est gravée sur toute sa longueur pour garder la trace de ce plan vertical sur tous les échantillons qui ont seront extraits. Des flèches sont également gravées le long de cette génératrice pour repérer l'orientation « extérieur » - « intérieur » initiale dans la roche. Les carottes obtenues ont une longueur moyenne de 10 à 15 cm ce qui permet de s'affranchir de la zone altérée en surface en étudiant au laboratoire les échantillons les plus profonds.

En fin d'échantillonnage, des photos et un schéma de l'affleurement sont réalisés et accompagnés d'un relevé de la position géographique (GPS).

Pour les îles Canaries, l'échantillonnage a abouti à l'obtention de 205 carottes avec une moyenne de 11 carottes par coulée. 26 carottes ont ainsi été forées à Tenerife, 86 à La Palma, et 93 à Grande Canarie.

En Ardèche, ce même exercice a abouti à l'obtention de 119 carottes, soit une moyenne de 10 carottes par coulée étudiée.

## **Chapitre III : Principes des méthodes utilisées et protocoles expérimentaux**

### **III.A) Méthodes K-Ar sans traceur et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$**

Cette partie a pour but de présenter les méthodes de datation mises en œuvre dans le cadre de cette thèse. Tout d'abord l'aspect théorique de l'horloge K-Ar, ainsi que son principe de fonctionnement, ses avantages et ses limites, seront expliqués. Puis la préparation des échantillons et le mode analytique de chaque méthode, tels que développés au LSCE, seront présentés. Les aspects plus techniques des manipulations en laboratoire y seront à chaque fois détaillés. Enfin, la pertinence de l'utilisation des deux méthodes de datation sera présentée.

#### **III.A.1) L'horloge K-Ar**

L'horloge K-Ar repose sur le principe de décroissance radioactive naturelle d'un élément père ( $^{40}\text{K}$ ) en un élément fils ( $^{40}\text{Ar}^*$ ). La décroissance du potassium a été mise en évidence en 1948 par *Aldrich et Nier (1948)* qui ont entrepris de mesurer le rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  de différents minéraux potassiques. La comparaison de ces rapports avec le rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique admis, constant et égal à 295,5, a permis de mettre en avant la production d' $^{40}\text{Ar}$  radiogénique (noté  $^{40}\text{Ar}^*$  par la suite) par décroissance naturelle du  $^{40}\text{K}$ . Depuis, de nombreuses études ont contribué à la connaissance actuelle que nous avons de ce chronomètre particulièrement adapté aux sciences de la Terre en raison de la diversité des matériaux qu'il permet de dater (roches magmatiques, météorites, téphras, ...) et de la gamme d'âge qu'il couvre (la période de demi-vie du  $^{40}\text{K}$  est de 1,25 milliards d'années).

Dans cette thèse, le chronomètre K-Ar joue un rôle majeur puisqu'il permet de dater les laves échantillonnées via l'utilisation de deux méthodes :  $^{40}\text{K}$ - $^{40}\text{Ar}$  sans traceur et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .

##### **III.A.1.a) Fonctionnement de l'horloge K-Ar**

La désintégration du  $^{40}\text{K}$  est complexe et ne produit pas uniquement de l' $^{40}\text{Ar}^*$  (*Figure III.1*).

Ainsi, le  $^{40}\text{K}$  se désintègre :

- à 88,8 % en  $^{40}\text{Ca}$  par émission  $\beta^-$
- à 11,2 % en  $^{40}\text{Ar}^*$  (dont 11% par émission  $\gamma$ , 0,16% par capture électronique, et 0,01% par émission  $\beta^+$ )

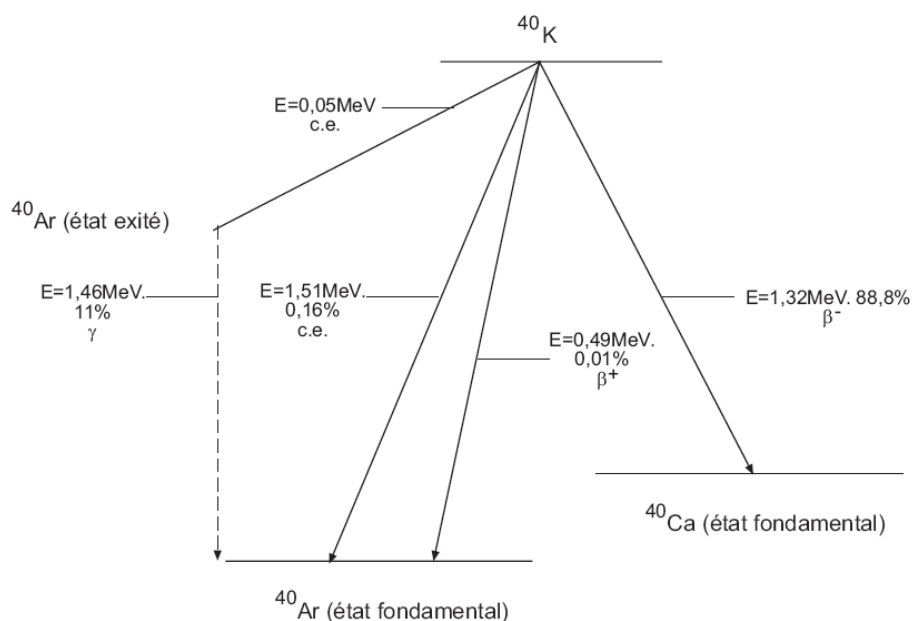


Figure III.1 : Schéma de désintégration radioactive naturelle du  $^{40}\text{K}$ .

Le potassium est l'un des sept éléments les plus abondants de la croûte terrestre et est présent dans le magma. Au sein de la chambre magmatique, l' $^{40}\text{Ar}^*$  formé peut s'échapper, en partie ou totalement, du système par dégazage. Lors de l'éruption, le magma arrive en surface. Il subit alors un brusque refroidissement, instantané à l'échelle géologique, et se solidifie. A partir de ce moment, l' $^{40}\text{Ar}^*$  ne peut plus s'échapper et reste piégé dans le réseau cristallin de la lave où il s'accumule (Figure III.2). L'âge K-Ar d'une lave correspond ainsi l'âge de sa mise en place, autrement dit celui de l'éruption.

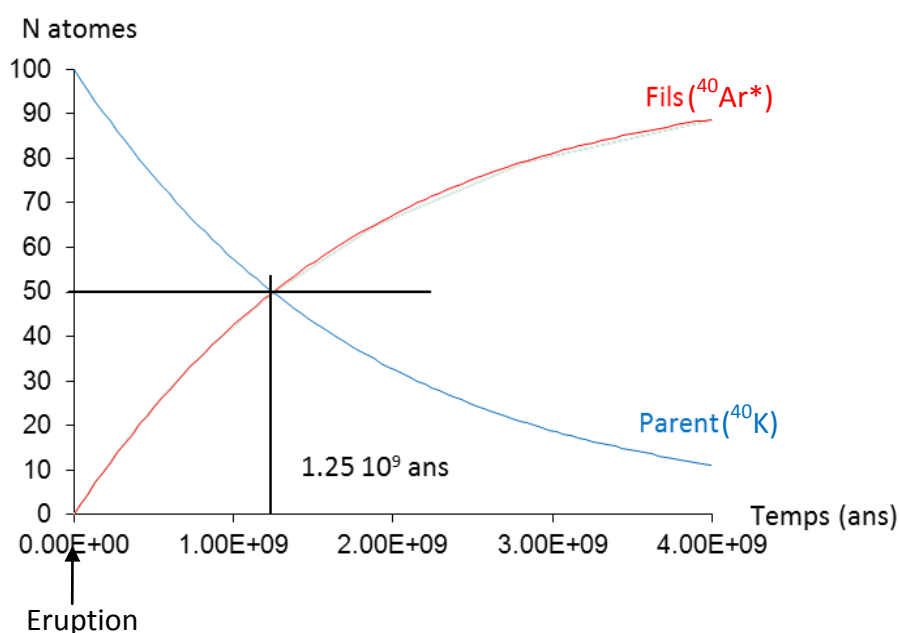


Figure III.2 : Schéma de décroissance de  $^{40}\text{K}$  et accumulation d' $^{40}\text{Ar}^*$  dans les laves froides.

### III.A.1.b) Equation d'âge

L'évolution de  $^{40}\text{K}$  au cours du temps, notée  $^{40}\text{K}_{(t)}$  s'écrit :

$$^{40}\text{K}_{(t)} = ^{40}\text{K}_0 \cdot e^{-\lambda t} \quad (1) \quad \text{avec : } ^{40}\text{K}_0 : \text{nombre d'atomes } ^{40}\text{K} \text{ à la fermeture du système}$$

$$\lambda : \text{constante de désintégration du } ^{40}\text{K}$$

$$t : \text{temps}$$

$$\text{Soit : } ^{40}\text{K}_0 = ^{40}\text{K}_{(t)} \cdot e^{\lambda t} \quad (2)$$

Par conservation du nombre d'atomes, il est possible d'écrire :

$$^{40}\text{K}_0 = ^{40}\text{K}_{(t)} + ^{40}\text{Ar}^* + ^{40}\text{Ca}^*$$

$$\Leftrightarrow ^{40}\text{K}_0 - ^{40}\text{K}_{(t)} = ^{40}\text{Ar}^* + ^{40}\text{Ca}^*$$

$$\Leftrightarrow ^{40}\text{Ar}^* + ^{40}\text{Ca}^* = ^{40}\text{K}_{(t)}(e^{\lambda t} - 1) \quad (3)$$

L'utilisation des relations entre les constantes de décroissance isotopique (*Table III.1*) est nécessaire pour obtenir l'équation d'âge.

*Table III.1 : Constantes de décroissance du  $^{40}\text{K}$ , d'après Steiger et Jager (1977).*

Constante	Valeur	Signification
$\lambda_{\text{Ar}} = \lambda^{40}\text{Ar}$	$(5.808 \pm 0.004) \times 10^{-11} \text{ a}^{-1}$	Constante de désintégration du $^{40}\text{K}$ qui engendre $^{40}\text{Ar}$
$\lambda_{\text{Ca}} = \lambda^{40}\text{Ca}$	$(4.962 \pm 0.009) \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	Constante de désintégration du $^{40}\text{K}$ qui engendre $^{40}\text{Ca}$
$\lambda = \lambda_{\text{Ar}} + \lambda_{\text{Ca}}$	$(5.543 \pm 0.010) \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	Constante totale de désintégration de $^{40}\text{K}$

Ainsi, on obtient à partir de (3) :

$$^{40}\text{Ar}^* ((\lambda^{40}\text{Ca}^* / \lambda^{40}\text{Ar}^*) + 1) = ^{40}\text{K}_{(t)}(e^{\lambda t} - 1)$$

$$\Leftrightarrow ^{40}\text{Ar}^* ((\lambda_{\text{Ca}} / \lambda_{\text{Ar}}) + 1) = ^{40}\text{K}_{(t)}(e^{\lambda t} - 1)$$

$$\Leftrightarrow ^{40}\text{Ar}^* (\lambda / \lambda_{\text{Ar}}) = ^{40}\text{K}_{(t)}(e^{\lambda t} - 1) \quad (4)$$

Puis, en isolant  $t$ , la formule permettant de calculer l'âge  $T$  de fermeture du système est obtenue :

$$T = \frac{1}{\lambda} \ln \left[ \left( \frac{\lambda^{40}\text{Ar}^*}{\lambda_{\text{Ar}}^{40}\text{K}_{(T)}} \right) + 1 \right] \quad (5)$$

La période de demi vie ( $^{40}\text{K}_{t_{1/2}} = ^{40}\text{K}_0/2$ ) est calculée à partir de (1), et vaut :

$$t_{1/2} = \ln 2 / \lambda = 1,25 \cdot 10^9 \text{ ans}$$



Le calcul de l'erreur sur l'âge prend en compte les incertitudes portant sur : les constantes de désintégration, la calibration du spectromètre de masse, les teneurs en K et en  $^{40}\text{Ar}^*$ . Il est détaillé dans *Westaway et al., 2006*.

### III.A.1.c) Hypothèses de base du chronomètre

L'utilisation de l'horloge K-Ar repose sur plusieurs hypothèses. La connaissance de ces hypothèses est fondamentale car elles jouent un rôle majeur à différents niveaux de l'analyse d'un échantillon. Ceci permet donc d'avoir un regard critique plus pertinent sur les résultats obtenus.

- 1) A l'instant de sa formation (i.e. à  $t=0$ ), l'échantillon est considéré comme dépourvu de tout  $^{40}\text{Ar}^*$ . Cela revient à dire que seul l' $^{40}\text{Ar}$  d'origine atmosphérique est présent dans le système lors de sa fermeture, soit un rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  égal à celui de l'air (=295,5) à  $t=0$ . Dans le cas contraire, les âges obtenus seraient surestimés à cause d'un excès d' $^{40}\text{Ar}$ . Ces excès d' $^{40}\text{Ar}$  sont identifiables par la méthode  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , mais pas par la méthode  $^{40}\text{K}-^{40}\text{Ar}$  pour laquelle ils constituent une vraie limite.
- 2) La durée de formation de l'échantillon doit être négligeable par rapport à l'âge de l'échantillon. Dans le cas des roches volcaniques, objet de cette étude, cette hypothèse est validée car leur durée de refroidissement est négligeable en comparaison de la gamme d'âge des échantillons étudiés (20-200 ka).
- 3) L'échantillon étudié doit avoir évolué en système clos depuis sa formation et ne pas avoir subi d'altération. Ainsi, aucun événement ne doit avoir pu impacter le K et l'Ar contenu dans l'échantillon depuis sa formation. Cette hypothèse est vérifiable par la méthode  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  mais là encore pas par la méthode K-Ar. Afin de contraindre au mieux cette hypothèse, seuls les échantillons les moins altérés sont prélevés sur le terrain. L'absence ou le degré d'altération est vérifiée en laboratoire par des observations macroscopiques et microscopiques.
- 4)  $^{40}\text{K}$  décroît à un taux constant qui ne dépend pas des conditions physiques du système. Les constantes de décroissance du  $^{40}\text{K}$  sont celles reportées dans la *Table III.1*.
- 5) Le rapport  $^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{total}}$  est constant dans les matériaux naturels. En effet, la mesure de  $^{40}\text{K}$  ne se fait pas directement mais par l'intermédiaire de la mesure de  $\text{K}_{\text{total}}$  (en  $^{40}\text{K}-^{40}\text{Ar}$ ) ou de  $^{39}\text{Ar}_k$  ( $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ), combinée à la connaissance des abondances isotopiques (*Table III.2*).

*Table III.2 : Abondance des isotopes d'Ar et de K (d'après Nier, 1950 et Garner et al., 1975).*

Isotope	$^{39}\text{K}$	$^{40}\text{K}$	$^{41}\text{K}$	$^{40}\text{Ar}$	$^{38}\text{Ar}$	$^{36}\text{Ar}$
Abondance	93.2581%	0.01167%	6.7302%	99.600%	0.0632%	0.3364%

## **.A.2) Sélection et préparation des échantillons**

Avant une quelconque analyse en laboratoire, les échantillons de lave doivent être précautionneusement préparés puisqu'aucune mesure ne saurait donner un résultat acceptable si l'échantillon analysé n'est pas de bonne qualité. Ces étapes d'avant mesure sont donc indispensables à l'obtention d'un âge robuste pour les laves étudiées. La méthode de sélection et de préparation d'un échantillon est la même pour la méthode K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .

La préparation de l'échantillon suit le protocole de mesure détaillé dans *Guillou et al. (1998)*. Il suit un protocole composé de 3 étapes : broyage-tamissage, nettoyage, et tris minéralogiques.

### **III.A.2.a) Broyage - Tamissage**

Après avoir éliminé les parties extérieures du bloc prélevé (potentiellement les plus altérées), ce dernier est découpé en cubes d'environ 4-5 cm de côté grâce à une scie circulaire à usure dont la lame possède des éclats de diamants.

L'étape de broyage se fait par décrémentation de l'espace entre les mâchoires du broyeur qui débute à 15mm et fini à 0mm en passant par 11mm, 8mm et 5mm. Après chaque étape de broyage, le broyat passe par une colonne de tamissage faite de deux tamis, le premier ayant un maillage de 250  $\mu\text{m}$  et le deuxième un maillage de 125  $\mu\text{m}$ . La fraction comprise entre 125  $\mu\text{m}$  et 250  $\mu\text{m}$  est conservée. La fraction supérieure à 250  $\mu\text{m}$  repasse par le broyeur avec un espacement entre mâchoires réduit, puis le broyat sera à nouveau tamisé. L'échantillon obtenu a alors une granulométrie adéquate (grains de taille comprise entre 125 et 250  $\mu\text{m}$ ) pour être analysé.

### **III.A.2.b) Nettoyage de l'échantillon**

Après tamissage, l'échantillon est rincé sous l'eau distillée afin d'enlever la majeure partie de la poussière adhérent encore aux grains. Puis l'échantillon est plongé dans un bécher contenant de l'acide acétique à 99,8%. Ce bécher est ensuite placé à 60°C dans un bain à ultrason pendant 45 mn. Cette étape a pour but de dissoudre les phases d'altération éventuellement présente. Ensuite, l'échantillon est abondamment rincé à l'eau distillée, puis nettoyé à l'alcool et à l'acétone.

### **III.A.2.c) Tris minéralogiques**

La lave n'est pas constituée uniquement de mésostase pure. Elle peut aussi contenir de nombreux phénocristaux, qui se sont formés bien avant le refroidissement de la lave, ainsi que des xénocristaux. Ces cristaux sont de potentiels porteurs d'excès d'argon, en particuliers les olivines et pyroxènes (*Laughlin et al., 1994*), et risquent donc de fausser l'âge

de l'échantillon s'ils ne sont pas éliminés. Pour cela, différents types de tris sont successivement effectués :

#### III.A.2.c.1) Tris magnétique

L'échantillon est passé sous un aimant. La mésostase, riche en minéraux magnétique, va se retrouver attirée par l'aimant, contrairement aux xénocristaux qui vont donc rester sur place. Cette première séparation faite, la phase magnétique est récupérée pour l'étape suivante du tri.

#### III.A.2.c.2) Tri densitométrique

Cette étape permet d'affiner la séparation entreprise lors du tri magnétique. En effet, certains phénocristaux peuvent avoir été entraînés avec la mésostase.

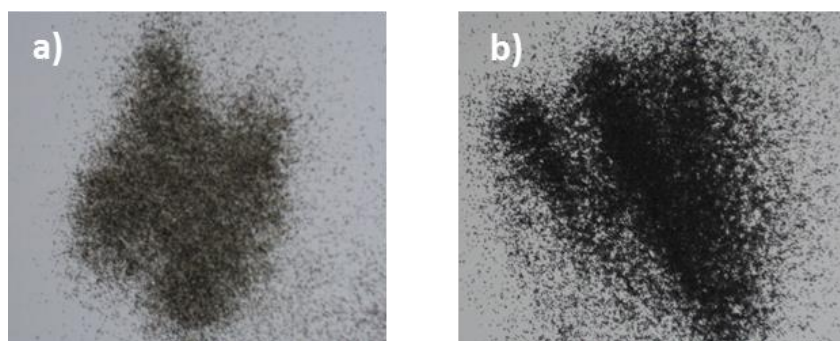
Pour ce tri, la poudre d'échantillon est introduite dans un entonnoir contenant du diiodométhane ( $d = 3,32 \text{ g.cm}^{-3}$ ). Par ajout progressif d'acétone ( $d = 0,791 \text{ g.cm}^{-3}$ ), la densité du liquide diminue. Les cristaux, plus denses que la mésostase, chutent au fond de l'entonnoir alors que celle-ci continue de surnager.

A la densité ad-hoc (i.e 2,9-3,0 pour les basaltes), la mésostase est récupérée et rincée à l'acétone, puis séchée à l'étuve. L'échantillon est enfin prêt à être analysé. Un contrôle à la loupe binoculaire permet de s'assurer de la pureté de l'échantillon obtenu.

#### III.A.2.c.3) Piquage

Dans l'éventualité où le contrôle à la lunette binoculaire révélerait la présence de certains phénocristaux, un piquage au grain par grain sous loupe binoculaire peut être effectué avant analyse.

La *Figure III.3.b* ci-dessous présente le résultat final obtenu après tris, ainsi que la phase non magnétique provenant uniquement du tri magnétique pour le même site (*Figure III.3.a*). On constate l'existence d'une quantité conséquente de minéraux non magnétiques, potentiels porteurs d'excès d'argon, confirmant l'importance de ces différents tris.



*Figure III.3 : Résultat des tris minéralogiques. Cas du site ardéchois PAL12-17 : a) Fraction non magnétique obtenue à l'issue du tri magnétique. b) Fraction finale obtenue après les tris magnétique et densitométrique.*

### III.A.3) Méthode K-Ar sans traceur

La méthode de datation K-Ar utilisée au LSCE est la technique  $^{40}\text{K}$ - $^{40}\text{Ar}$  sans traceur. Elle a été développée par C.Cassignol (*Cassignol et al., 1978 ; Cassignol et Gillot 1982*).

Comme le montre l'équation (5) en III.A.1.b), seules deux variables mesurées suffisent au calcul de l'âge : la quantité d' $^{40}\text{Ar}^*$  et celle d' $^{40}\text{K}$ .

#### III.A.3.a) Mesure de $^{40}\text{K}$

La quantité de K est mesurée par ICP-AES au CRPG de Nancy. Pour chaque échantillon une valeur moyenne de potassium est obtenue sur trois analyses indépendantes, afin de s'assurer de l'homogénéité de l'échantillon et donc d'avoir un résultat plus fiable. La valeur de  $^{40}\text{K}$  de chaque échantillon est calculée à partir de leurs valeurs de  $K_{\text{tot}}$  par utilisation des abondances isotopiques (*Table III.2*).

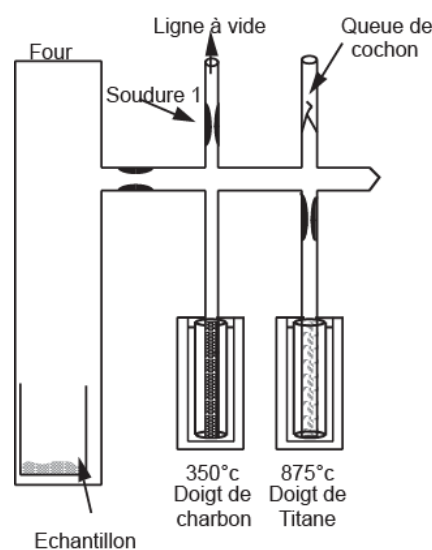
La composition isotopique et les teneurs en argon sont mesurées par spectrométrie de masse au LSCE.

#### III.A.3.b) Extraction et purification de l' $^{40}\text{Ar}$

En premier lieu, il faut extraire l'argon piégé dans le réseau cristallin. Pour cela, chaque échantillon (soit 1 à 2 g de poudre de roche) est placé dans un creuset en Molybdène préalablement dégazé à 1500°C sous vide primaire. Le creuset est par la suite introduit dans un module fait de quartz et Pyrex. Ce module (*Figure III.4*) comporte un four en quartz, un doigt de silice contenant du charbon actif, et un doigt de silice contenant de la mousse de titane.

##### Etape 1 : Prédégazage et mise sous vide

Le module est connecté à la ligne à vide puis placé sous vide secondaire au moyen d'une pompe turbomoléculaire. Durant les premières 24 heures de pompage, seul le charbon actif est dégazé en le portant à 350°C. Ensuite, le titane est porté à 875°C pour le dégazer pendant une trentaine d'heure, conjointement au charbon. Le charbon actif et le titane peuvent alors être ramenés à température ambiante et le vide est amélioré grâce à l'action combinée de pompes getters et d'un cryopompage. Le vide dans la ligne atteint désormais des valeurs comprises entre  $1,0 \cdot 10^{-7}$  et  $5,0 \cdot 10^{-8}$  Torr. Après quatre journées de pompage, les modules sont séparés de la ligne à vide (*Figure III.4*).



*Figure III.4* : Préparation d'un échantillon K-Ar. 1) Prédégazage.

## Etape 2 : Fusion

Le module est alors déplacé afin que l'échantillon soit fondu, grâce à un four à induction. Durant la fusion, le doigt de charbon actif est plongé dans l'azote liquide afin de favoriser la désorption des gaz piégés dans l'échantillon (Figure III.5).

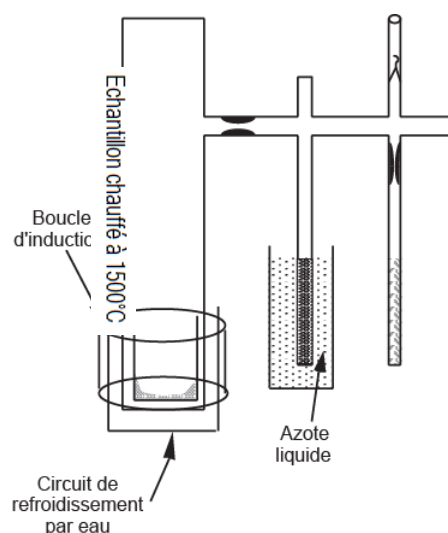


Figure III.5 : Préparation d'un échantillon K-Ar. 2) Fusion.

## Etape 3 : Purification

Une fois le gaz extrait, il est purifié par de la mousse de titane. Portée à 830°C, cette dernière fixe les gaz actifs contenus dans l'échantillon tout en restant neutre vis à vis l'argon (Figure III.6).

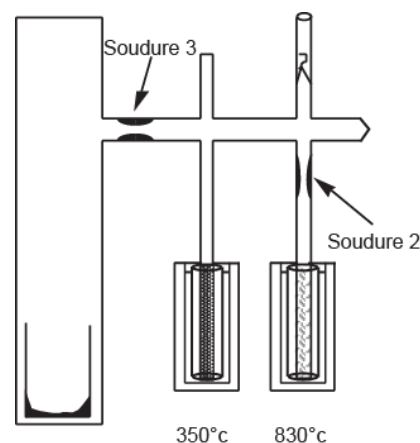


Figure III.6 : Préparation d'un échantillon K-Ar. 3) Purification.

## Etape 4 : Récupération de l'échantillon

Après purification, seuls les gaz non actifs (principalement l'argon) sont présents dans le module. Ces gaz sont adsorbés par le charbon actif porté à température de l'azote liquide. Puis, par fermeture des soudures 2 et 3, la partie du module contenant l'échantillon gazeux est récupérée avant d'être connectée à la ligne ultra-vide du spectromètre de masse (Figure III.7).

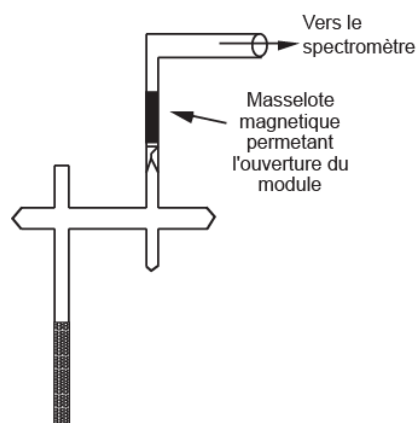
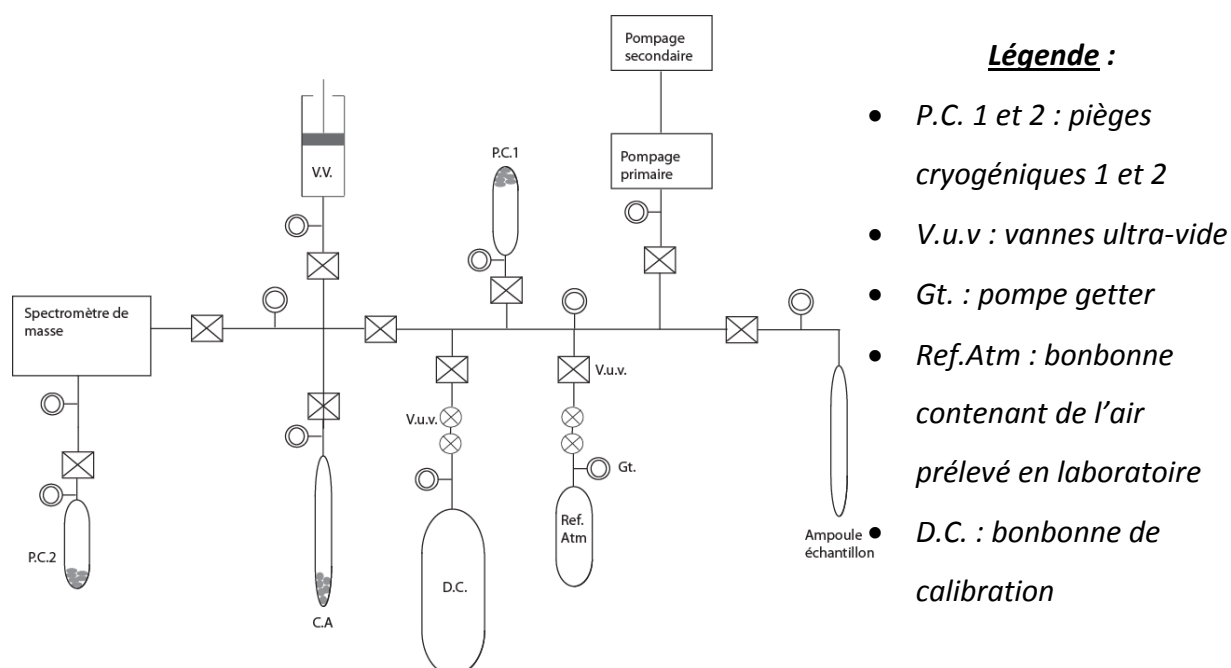


Figure III.7 : Préparation d'un échantillon K-Ar. 4) Récupération de l'échantillon.

### III.A.3.c) Mesure au spectromètre de masse

Le vide de la ligne d'introduction du spectromètre de masse (*Figure III.8*) est obtenu par combinaison de pompes turbomoléculaires et cryogénique. Il est entretenu en permanence par des pompes getters (SAES GP10) qui piègent les gaz actifs résiduels.



*Figure III.8 : Schéma de la ligne à ultravide connectée au spectromètre de masse K-Ar.*

Une fois connecté à la ligne, l'échantillon gazeux est libéré de l'ampoule à l'aide d'un aimant extérieur qui actionne la masselotte magnétique et brise ainsi la queue de cochon.

#### III.A.3.c.1) Protocole de mesure

Le gaz se libère et se détend dans la ligne ultra-vide. Il est ensuite attiré à proximité du spectromètre de masse grâce au doigt de charbon actif porté à température de l'azote liquide. L'argon est ensuite libéré du charbon actif en ramenant ce dernier à température ambiante. Après cryopompage du spectromètre de masse, l'argon est introduit dans le spectromètre où il est ionisé sous l'effet d'une source électronique.  $^{40}\text{Ar}$  devient  $^{40}\text{Ar}^+$  et  $^{36}\text{Ar}$  se transforme en  $^{36}\text{Ar}^+$ . Ces ions sont accélérés sous l'effet d'une différence de potentiel (V), puis projetés dans une enceinte où règne un vide poussé à travers un champ magnétique H. Leur trajectoire de rayon R suit l'équation :

Avec :

$$R = \frac{1439}{H} \left[ \frac{m}{e} V \right]^{\frac{1}{2}}$$

- H : champ magnétique (3600 G)
- m : masse atomique de l'ion
- E : nombre de charges élémentaires portées par l'ion (V)
- V : différence de potentiel (environ 620V)

Les isotopes 36 et 40 de l'argon ayant des rapports (m/e) différents, le spectromètre de masse permet de les différencier grâce à leur rayon R de trajectoire. Ainsi, pour H = 3600G et V = 620V, on obtient :  $R_{40} = 62,9$  mm et  $R_{36} = 59,7$  mm.

Après séparation, les teneurs en  $^{40}\text{Ar}$  et  $^{36}\text{Ar}$  sont analysées par un double collecteur composé de deux coupelles de faraday disposées à m/e=36 et m/e=40, et permettant la mesure simultanée de ces deux isotopes de l'argon. La mesure est intégrée sur une durée de 100 secondes.

L'analyse de l'échantillon terminée, celui-ci est évacué du spectromètre de masse par cryopompage.

### III.A.3.c.2) Correction atmosphérique

L' $^{40}\text{Ar}$  total contenu dans une lave a deux origines : radiogénique et atmosphérique.

Ainsi :

$$^{40}\text{Ar}_{\text{total}} = ^{40}\text{Ar}_{\text{at}} + ^{40}\text{Ar}^*$$

Avec : -  $^{40}\text{Ar}_{\text{total}}$  :  $^{40}\text{Ar}$  total contenu dans l'échantillon

-  $^{40}\text{Ar}_{\text{at}}$  :  $^{40}\text{Ar}$  provenant de l'atmosphère

-  $^{40}\text{Ar}^*$  :  $^{40}\text{Ar}$  radiogénique provenant de la décroissance de  $^{40}\text{K}$

Expérimentalement, la correction atmosphérique se fait en introduisant une aliquote d'argon atmosphérique de référence grâce à une bombonne d'air reliée au spectromètre de masse. Cette dose d'air est mesurée dans les mêmes conditions de pression que l'échantillon à dater. La comparaison des rapports ( $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ) de l'échantillon et de dose d'air, soit  $(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{atm}}$ , permet d'obtenir la valeur d' $^{40}\text{Ar}^*$  de l'échantillon.

La formule de correction utilisée est la suivante :

$$^{40}\text{Ar}^* = \frac{\frac{^{40}\text{Ar}_{\text{éch}}}{^{36}\text{Ar}_{\text{éch}}} - \frac{^{40}\text{Ar}_{\text{atm}}}{^{36}\text{Ar}_{\text{atm}}}}{\frac{^{40}\text{Ar}_{\text{éch}}}{^{36}\text{Ar}_{\text{éch}}}}$$

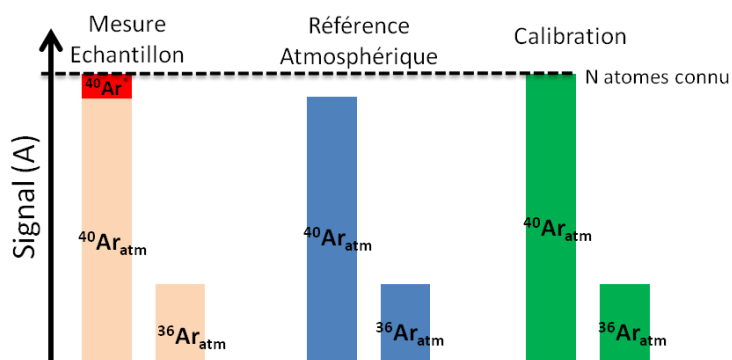
### III.A.3.c.3) Calibration

L'étape de calibration a pour but de convertir le signal électrique, issu de la mesure spectrométrique, en nombre d'atomes. Pour cela, un nombre connu d'atomes d' $^{40}\text{Ar}$  est introduit dans le spectromètre de masse à partir d'une bombonne calibrée. La connaissance du nombre d'atomes est rendue possible grâce à l'utilisation de standards d'âges connus. Les 2 standards, utilisés lors de l'analyse des échantillons de cette thèse sont les 2 biotites suivantes :

*Table III.3 : Standards utilisés pour les mesures K-Ar sans traceur.*

Standard	% K	$^{40}\text{Ar}^*$ ( $10^{-9}$ mol/g)	Age $\pm 1\sigma$ (Ma)	Référence
HD-B1	7,987	0,335	$24,21 \pm 0,32$	<i>Hess et Lippolt, 1994</i>
LP-6	8,37	1,923	$127,8 \pm 0,7$	<i>McDougall et Roksandic, 1974 ; Baksi, 1973</i>

L'obtention d'un âge peut donc se résumer en 3 étapes analytiques : mesure, correction atmosphérique et calibration (*Figure III.9*). Ces étapes permettent d'obtenir la valeur de la quantité  $^{40}\text{Ar}^*$  à reporter dans l'équation (5) pour obtenir l'âge de l'échantillon.



*Figure III.9 : Etapes de mesure de la méthode K-Ar sans traceur.*



### **III.A.4) Méthode $^{40}\text{K}/^{39}\text{Ar}$**

#### **III.A.4.a) Production d' $^{39}\text{Ar}$ : flux d'irradiation**

Cette méthode est une variante de la méthode  $^{40}\text{K}-^{40}\text{Ar}$ . N'existant pas sous forme naturelle, l' $^{39}\text{Ar}$  est produit par irradiation du  $^{39}\text{K}$  sous un faisceau de neutrons rapides. La quantité d' $^{39}\text{Ar}$  ainsi créée est proportionnelle à la quantité de  $^{39}\text{K}$  de l'échantillon et donc à la quantité de  $^{40}\text{K}$ , puisque le rapport  $^{40}\text{K}/^{39}\text{K}$  est supposé constant dans la nature.

Le rendement de production d' $^{39}\text{Ar}$  est calculé grâce à des standards d'âges connus, présents dans la même navette que les échantillons lors de l'irradiation. Ce rendement est calculé de la manière suivante (*Mitchell, 1968*) :

$$^{39}\text{Ar}_s = ^{39}\text{K}\Delta T \int \phi_E \sigma_E dE$$

Soit, en posant  $I = \int_0^\infty \phi_E \sigma_E dE$  :

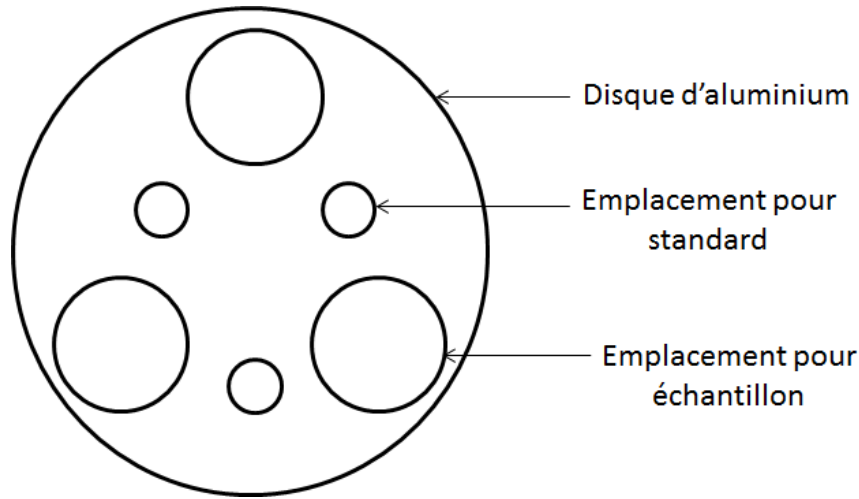
$$^{39}\text{Ar}_s = ^{39}\text{K}\Delta T I \quad (\text{a})$$

- Avec :
- $^{39}\text{K}$  : nombre d'atomes de  $^{39}\text{K}$  dans le standard
  - $^{39}\text{Ar}_s$  : nombre d'atomes de  $^{39}\text{Ar}$  produits par le standard
  - $\phi_E$  : flux d'énergie E des neutrons
  - $\sigma_E$  : Section efficace de capture de la réaction  $^{39}\text{K} \rightarrow ^{39}\text{Ar}$
  - $\Delta T$  : durée d'irradiation

$^{39}\text{Ar}$  est radioactif et sa période de désintégration est égale à 265 ans. Les échantillons peuvent parfois être analysés un certain temps après l'irradiation. Cependant, ils sont tout de même analysés dans un délai assez bref. Par conséquent, l'influence de ce délai sur les quantités d' $^{39}\text{Ar}$  mesuré est négligeable.

#### **III.A.4.b) Activation neutronique**

L'échantillon (environ 100 mg) est placé au sein du réacteur nucléaire Osiris du CEA Saclay et est soumis à un flux de neutrons rapides pendant une durée variant de quelques minutes à 1h selon l'âge et la nature de l'échantillon. En pratique, 3 échantillons sont placés dans les creux d'un disque en aluminium pour être irradiés en même temps. Le disque d'aluminium contient également les standards permettant de calculer le flux de neutron traversant chaque échantillon (*Figure III.10*).



*Figure III.10 : Positionnement des échantillons et standards pour l'irradiation.*

Dans l'idéal, l'irradiation doit fournir de l' $^{39}\text{Ar}$  tel qu'il est en quantité similaire à l' $^{40}\text{Ar}^*$ . Ainsi, plus l'échantillon est estimé vieux et donc potentiellement riche en  $^{40}\text{Ar}^*$ , plus le temps d'irradiation sera long. Au contraire, plus le rapport K/Ca de l'échantillon est élevé, plus le temps d'irradiation sera court. En effet, cela suppose une quantité de K potentiellement importante et donc potentiellement plus de  $^{39}\text{K}$ . Par conséquent l'irradiation produira plus d' $^{39}\text{Ar}$ . En pratique, plusieurs échantillons sont irradiés en même temps. Ainsi, en ayant une idée de leurs âges et compositions chimiques respectives, il est convenu d'un juste milieu pour les durées d'irradiation.

#### **III.A.4.c) Equation d'âge**

Le calcul de l'âge d'un échantillon par  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  repose en partie sur l'utilisation de standards d'âges connus. Ces standards possèdent une quantité connue d'argon  $^{40}\text{Ar}$  radiogénique (notée  $^{40}\text{Ar}_s^*$ ) et ont pour but, comme pour la méthode K-Ar sans traceur, de convertir un signal électrique en un nombre d'atome (i.e. calibration).

Dans cette thèse, le standard utilisé est une sanidine d'Alder Creek : ACs-2, dont l'âge est estimé à  $1,194 \pm 0,01 \text{ Ma}$  ( $2\sigma$ ) (Nomade et al., 2005). L'analyse de ce standard se fait par fusion au laser, puis purification des gaz par un getter SAES C50 Zr-Al porté à  $250^\circ\text{C}$ . Le protocole de mesure au spectromètre de masse est le même que pour un échantillon à dater (voir III.A.4.e).

En appliquant l'équation (4) pour le standard apparaît l'équation permettant de calculer la quantité  $^{40}\text{Ar}_s^*$  :

$$^{40}\text{Ar}_s^* = \frac{\lambda_{\text{Ar}}}{\lambda} {}^{40}\text{K} (e^{\lambda t_s} - 1) \quad (\text{b})$$

Avec : -  $t_s$  : âge du standard

- $\lambda_{Ar}/\lambda$  : fraction de désintégration de  $^{40}\text{K}$  conduisant à la formation de  $^{40}\text{Ar}_s^*$
- $^{40}\text{Ar}_s^*$  : quantité d'argon radiogénique produit par le standard

De la combinaison des équations (a) et (b) on obtient :

$$\frac{^{40}\text{Ar}_s^*}{^{39}\text{Ar}_s} = \frac{\lambda_{\text{e}} ^{40}\text{K}(e^{\lambda t_s} - 1)}{^{39}\text{K}\Delta\text{TI}} \quad \text{(c)}$$

Par simplification,  $J$ , le flux d'irradiation effectivement reçu par l'échantillon est noté :

$$J = \frac{^{39}\text{K}\Delta\text{TI}\lambda}{^{40}\text{K}\lambda_{\text{e}}} \quad \text{(d)}$$

En s'intéressant désormais à l'âge d'un échantillon, l'équation d'âge **(b)** devient alors :

$$^{40}\text{Ar}_e^* = \frac{^{40}\text{K}\lambda_{\text{e}}(e^{\lambda t_e} - 1)}{\lambda}$$

Avec : -  $t_e$  : âge inconnu d'un échantillon

- $^{40}\text{Ar}_e^*$  : quantité d'argon radiogénique produit par l'échantillon d'âge inconnu

En utilisant l'équation **(d)**, cette équation devient :

$$^{40}\text{Ar}_e^* = \frac{^{39}\text{K}\Delta\text{TI}(e^{\lambda t_e} - 1)}{J}$$

Puis, par utilisation de l'équation **(a)** appliquée à l'échantillon, on obtient :

$$^{40}\text{Ar}_e^* = \frac{^{39}\text{Ar}_e (e^{\lambda t_e} - 1)}{J}$$

Enfin, en isolant le terme  $t_e$ , l'équation à résoudre pour déterminer l'âge de l'échantillon apparaît enfin :

$$t_e = \frac{1}{\lambda} \ln \left[ 1 + \left( J \frac{^{40}\text{Ar}_e^*}{^{39}\text{Ar}_e} \right) \right]$$

Cette formulation de l'équation donnant accès à l'âge de l'échantillon met en avant l'une des différences de la méthode  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  par rapport à la méthode  $\text{K}/\text{Ar}$ . Ainsi, au lieu des deux mesures différentes nécessaires pour accéder au rapport  $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ , la méthode  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  permet de mesurer le rapport des deux isotopes en une seule fois par spectrométrie de masse.

L'équation **(c)** permet d'obtenir :

$$J = \frac{(e^{\lambda t_s} - 1)}{^{40}\text{Ar}_s^* / ^{39}\text{Ar}_s}$$

Ainsi,  $t_e$  peut également s'écrire :

$$t_e = \frac{1}{\lambda} \ln \left[ 1 + \frac{({}^{40}\text{Ar}^*/{}^{39}\text{Ar})_e}{({}^{40}\text{Ar}^*/{}^{39}\text{Ar})_s} (e^{\lambda t_s} - 1) \right]$$

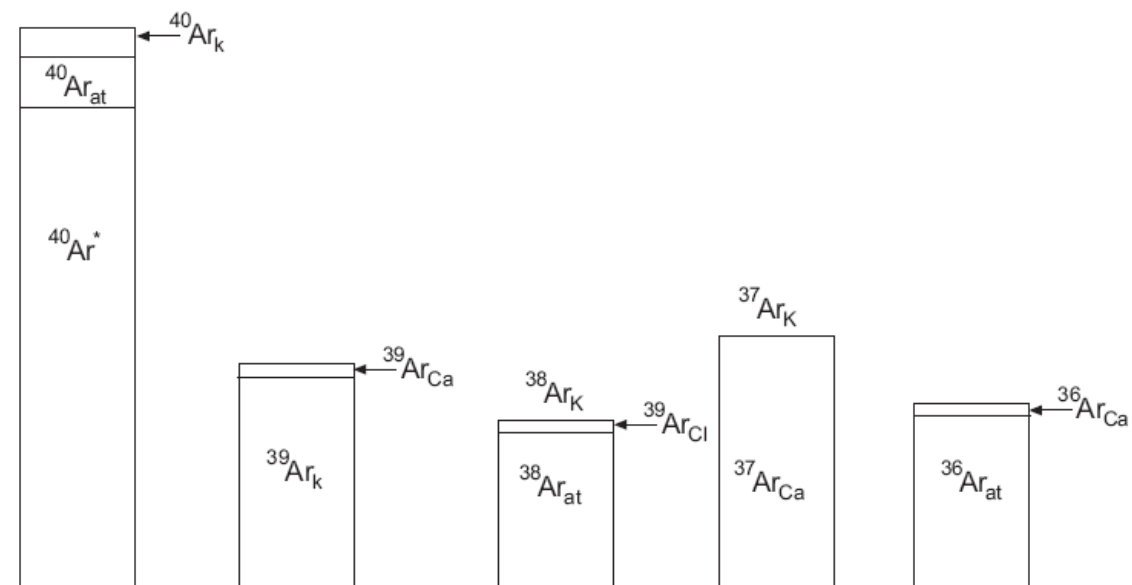
#### III.A.4.d) Corrections d'interférence de masse

Plusieurs corrections sont nécessaires pour obtenir un âge significatif par la méthode  ${}^{40}\text{Ar}/{}^{39}\text{Ar}$ . Ce n'est qu'une fois ces corrections effectuées que l'équation ci-dessus donnera un âge valide méthodologiquement.

Ces corrections s'imposent compte tenu des réactions secondaires, principalement avec le calcium, se produisant lors de l'irradiation (*McDougall et Harrison, 1988*). Ces réactions ont la particularité de produire des isotopes de l'argon selon les processus suivant :

- ${}^{40}\text{Ca}(n,n\alpha) {}^{36}\text{Ar}$
- ${}^{42}\text{Ca}(n,n\alpha) {}^{39}\text{Ar}$
- ${}^{40}\text{K}(n,p) {}^{40}\text{Ar}$
- ${}^{35}\text{Cl}(n,\gamma) {}^{36}\text{Cl} - \beta^- \rightarrow {}^{36}\text{Ar}$  (négligeable)
- ${}^{37}\text{Cl}(n,\gamma) {}^{38}\text{Cl} - \beta^- \rightarrow {}^{38}\text{Ar}$

La *Figure III.11* résume l'origine des isotopes d'argon présents une fois l'échantillon irradié :



*Figure III.11 : Spectre de masse d'un échantillon irradié avec présentation des différentes origines pour chaque isotope (en indice).*

Signification des indices : - Ca : provenant du calcium

- K : provenant du potassium

- Cl : provenant du chlore

- at : provenant de l'atmosphère

La correction des masses 36, 39 et 40 est possible grâce à une réaction supplémentaire :  $^{40}\text{Ca}(n,n\alpha) ^{37}\text{Ar}$ .

#### III.A.4.d.1) Correction des masses 36 et 39

Pour mesurer les quantités  $^{36}\text{Ar}_{\text{Ca}}$  et  $^{39}\text{Ar}_{\text{Ca}}$  il faut irradier un sel pur de calcium ( $\text{CaF}_2$  typiquement), puis le fondre, et enfin mesurer les rapports isotopiques 40/37 et 39/37 au spectromètre de masse. Il faut également calculer la valeur d' $^{37}\text{Ar}_0$ , valeur de l' $^{37}\text{Ar}$  en sortie du réacteur car ce dernier est radioactif (période de 35,1 jours). Pour cela, l'équation suivante est utilisée :

$$^{37}\text{Ar}_0 = ^{37}\text{Ar}_m e^{\lambda_{37}t} \lambda_{37} t_i / (1 - e^{-\lambda_{37} t_i})$$

Avec : -  $^{37}\text{Ar}_0$  : quantité d' $^{37}\text{Ar}$  produite juste après l'irradiation

- $^{37}\text{Ar}_m$  : quantité d' $^{37}\text{Ar}$  mesurée le jour de l'analyse
- $t$  : durée de l'irradiation
- $t_i$  : intervalle de temps entre l'irradiation et l'analyse
- $\lambda_{37}$  : Constante de désintégration de l' $^{37}\text{Ar}$  ( $= 0,01974 \text{ j}^{-1}$ )

Grâce à cette mesure, il est possible de définir les facteurs de correction  $^{39}\text{Ar}/^{37}\text{Ar}_0$  et  $^{36}\text{Ar}/^{37}\text{Ar}_0$  (qui dépendent du rendement de l'irradiation) :

- $(^{36}\text{Ar}/^{37}\text{Ar}_0)_{\text{Ca}} = (^{36}\text{Ar}_m - (^{40}\text{Ar}_{\text{atm}}/295,5)) / ^{37}\text{Ar}_m$
- Dans le cas d'un sel de calcium pur,  $^{39}\text{Ar}$  et  $^{37}\text{Ar}$  ne proviennent que des isotopes du calcium. Le facteur de correction  $(^{39}\text{Ar}/^{37}\text{Ar}_0)_{\text{Ca}}$  est donc simplement déterminé par analyse spectrométrique du gaz extrait par fonte du sel de calcium.

#### III.A.4.d.2) Correction de la masse 40

Un sel pur de potassium (type KF ou  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) est irradié pour corriger l'apport d' $^{40}\text{Ar}$  produit par la réaction  $^{40}\text{K}(n,p) ^{40}\text{Ar}$ . Cette analyse donne accès au rapport  $(^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}}$  :

$$(^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}} = (^{40}\text{Ar}_m - (^{36}\text{Ar}_m * 295,5)) / ^{39}\text{Ar}_m$$

Ce rapport permet de calculer la quantité  $^{40}\text{Ar}_{\text{Ca}}$  créée à partir de cette réaction parasite.

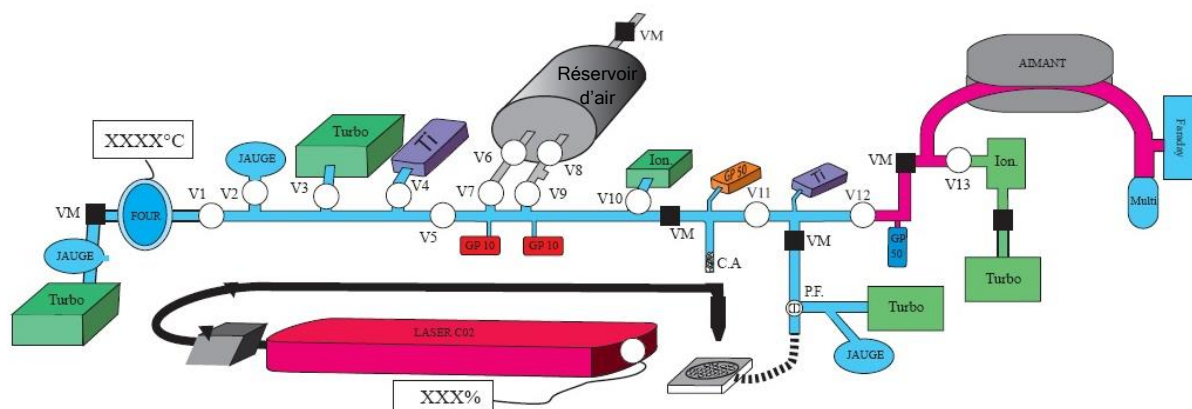
### III.A.4.e) Analyse d'un échantillon par chauffes successives

L'analyse par chauffes successives vise à obtenir l'âge d'un échantillon en le chauffant par paliers successifs de température croissante (Turner *et al.*, 1966).

Après irradiation, les échantillons sont placés dans un barillet en acier inoxydable, et introduits dans un four à résistance à double enceinte monté à l'entrée de la ligne  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  (Figure III.12). Un prédégazage à 550-650°C permet d'éliminer une portion importante de l'argon atmosphérique indésirable contenu dans l'échantillon.

Le processus par chauffes partielles consiste en 5-8 étapes de chauffes comprises entre 600 et 1250°C. Pour chaque étape, une montée en température de 2 mn permet à l'échantillon d'atteindre la valeur de chauffe désirée. Cette température est maintenue 20 mn, pendant lesquelles le gaz est purifié par un sublimateur de Titane. Ensuite, le gaz est purifié 5 mn par 2 getters SAES (10 GP-MK3) Zr-Al opérant à 400°C. Le gaz est ensuite attiré dans un autre secteur de la ligne, grâce à du charbon actif porté à la température de l'azote liquide. Après 5 mn de piégeage, ce secteur de ligne est isolé et le gaz y est libéré à température ambiante. Il est alors purifié 5 mn supplémentaires par un getter SAES C50 Zr-Al opérant à 250°C.

La composition isotopique du gaz purifié est mesurée par comptage d'ions grâce à l'utilisation d'un spectromètre GV instrument 5400 (sensibilité  $8 \cdot 10^{-3}$  A/Torr). Les signaux des isotopes d'argon sont en premier lieu centrés, puis intégrés sur 20 cycles de mesures avec des temps d'intégration d'1 seconde ( $^{40}\text{Ar}$ ,  $^{39}\text{Ar}$ ) ou 10 secondes ( $^{38}\text{Ar}$ ,  $^{37}\text{Ar}$ ,  $^{36}\text{Ar}$ ).



**Légende :** V(numéro) : Micro vanne ; Vm : Vanne manuelle ; Ti : Sublimateur de Titane ; GP : Getter ; C.A : charbon actif ; Turbo : pompe turbomoléculaire ; Ion : Pompe ionique

Figure III.12 : Schéma de la ligne  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  du LSCE.

### III.A.4.f) Facteurs correctifs

#### III.A.4.f.1) Correction d'argon atmosphérique

Comme pour la méthode K-Ar, la correction d'argon atmosphérique est nécessaire pour déterminer l' $^{40}\text{Ar}^*$ . Cette correction se fait par mesures répétées au spectromètre d'aliquotes d'air de volume variable (1 à 6 cm<sup>3</sup>), prélevées grâce à des micros vannes depuis un réservoir connecté à la ligne sous vide. Ces mesures permettent donc d'accéder au rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique instrumental et donc de connaître la discrimination de masse de l'appareil de mesure avec une précision de 0,15 % (à  $2\sigma$ ). Deux à trois mesures d'air sont effectuées lors d'une journée de mesures.

En absence de calcium, la simple comparaison des rapports  $(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{atmosphérique}}$  instrumental et  $(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{échantillon}}$  fournirait  $^{40}\text{Ar}^*$ .

Toutefois, en présence de calcium, les masses corrigées des interférences liées à la composante atmosphérique et à l'irradiation s'écrivent :

$$\begin{aligned} ^{40}\text{Ar}^* &= ^{40}\text{Ar}_m - (^{40}\text{Ar}_{\text{at}} + ^{40}\text{Ar}_K) & \text{Avec :} \\ ^{39}\text{Ar} &= ^{39}\text{Ar}_m - ^{39}\text{Ar}_{\text{Ca}} & - \text{ m : mesuré} \\ ^{36}\text{Ar} &= ^{36}\text{Ar}_{\text{at}} - ^{36}\text{Ar}_{\text{Ca}} & - \text{ Ca : provenant du calcium} \\ & & - \text{ K : provenant du potassium} \\ & & - \text{ atm : d'origine} \\ & & \text{atmosphérique} \end{aligned}$$

#### III.A.4.f.2) Mesure des blancs

Les mesures faites sur les échantillons doivent être corrigées des blancs expérimentaux (blanc de « four » et blanc « laser »).

Le blanc de four est mesuré en suivant le même protocole que celui des échantillons. Le four est chauffé aux paliers successif ad-hoc entre 600 et 1400°C. Un blanc de four est réalisé en moyenne tous les 3 échantillons.

Pour le blanc laser, le secteur de ligne correspondant à celui utilisé lors de la fusion laser est isolé pendant une durée équivalente à une expérience de fusion laser. C'est cette valeur qui servira de blanc expérimental. Un blanc laser est réalisé tous les 3-4 échantillons.

### III.A.4.g) Traitement des résultats

Le traitement des résultats des analyses spectrométriques est fait par le logiciel ArArCalc (Koppers, 2002).

#### III.A.4.g.1) Les spectres d'âge

Avec la méthode de chauffages successives, chaque palier de température permet de d'extraire les isotopes  $^{40}\text{Ar}^*$  et  $^{39}\text{Ar}$  avec un rapport constant. On obtient donc, pour chaque palier, un âge apparent. L'ensemble de ces paliers forment le spectre d'âge, de forme variable selon la qualité de la mesure et de l'échantillon. Dans le cas d'un échantillon non perturbé, ce spectre d'âge a une pente généralement nulle ou faible (Figure III.13).

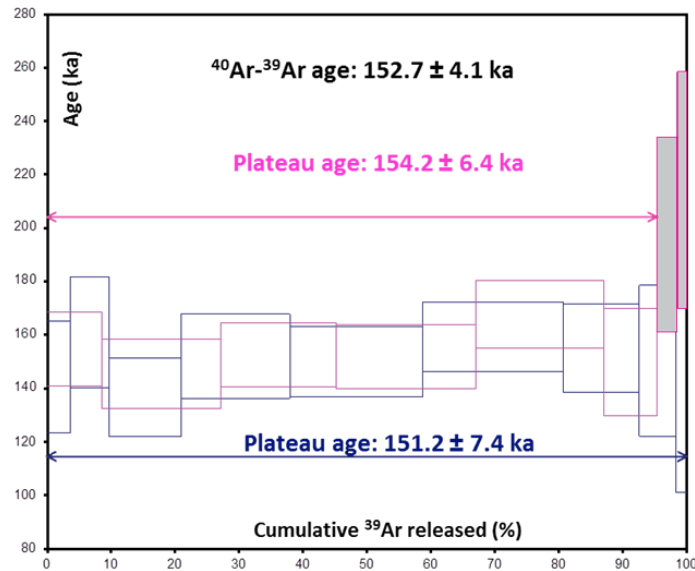


Figure III.13 : Illustration du spectre d'âge obtenu par chauffages successives pour le site RGC04. Les 2 couleurs illustrent 2 analyses différentes. Les étapes grisées sont celles non prises en compte dans le calcul de l'âge plateau.

A partir de ce spectre d'âge, il est possible de calculer l'âge plateau. Plusieurs définitions ont été proposées pour le caractériser (Dalrymple et Lanphere, 1974 ; Berger et York, 1981 ; McDougall et Harrison, 1988). Les critères retenus pour définir un âge plateau sont ceux proposés par Sharp et Renne (2005). Ainsi le plateau doit : (1) être composé d'un minimum de 3 étapes de chauffages consécutives contenant au moins 60% de l' $^{39}\text{Ar}$  dégazé, (2) avoir une pente négligeable à  $1\sigma$  d'incertitude analytique, et (3) aucun point aberrant ou âge non cohérent parmi les étapes sélectionnées.

#### III.A.4.g.2) Les isochrones

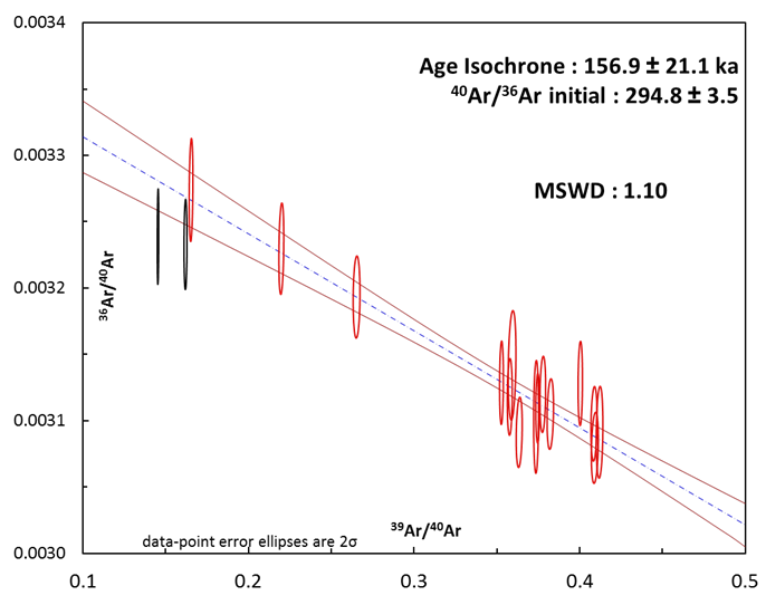
La méthode  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  offre la possibilité de traiter les résultats sous forme d'isochrones. Ces isochrones sont des diagrammes  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  vs  $^{39}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  où la pente est égale au rapport  $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_k$ , lui-même proportionnel à l'âge. De plus, la valeur à l'intersection de l'isochrone et de l'axe des ordonnées permet d'obtenir le rapport  $(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{initial}}$  de l'échantillon étudié.

Les âges isochrones retenus suivent également les critères de Sharp et Renne (2005). Un âge isochrone inclut un nombre maximal de paliers consécutifs ayant une probabilité



d'adéquation supérieure ou égale à 0,1. Il est constitué d'un minimum de trois étapes de chauffe successives, contenant au moins 60% de l' $^{39}\text{Ar}$  dégazé, et pour lesquelles le rapport  $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$  n'est statistiquement pas différent de 295,5 (i.e. le rapport atmosphérique).

Dans cette thèse, les isochrones inverses ( $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$  vs  $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ ) ont été préférés pour présenter les résultats (voir *Figure III.14*).



*Figure III.14* : Isochrone inverse obtenue pour le site RGC04. Les ellipses à contour noirs représentent les étapes non retenues.

Les axes de l'isochrone inverse sont normalisés par  $^{40}\text{Ar}$  au lieu d' $^{36}\text{Ar}$  pour l'isochrone normale. Or l' $^{36}\text{Ar}$ , présent en quantité beaucoup plus faible que l' $^{40}\text{Ar}$ , est mesuré avec moins de précision que ce dernier. L' $^{36}\text{Ar}$  étant commun aux deux axes dans le cas de l'isochrone normale, il peut engendrer des corrélations trompeuses entre ces 2 axes. D'où le choix de l'isochrone inverse. Aussi, cette dernière possède une pente plus verticale que l'isochrone normale. Il est donc plus facile de repérer d'éventuels points ne s'alignant pas sur l'isochrone.

Les isochrones sont donc particulièrement utiles pour :

- Obtenir une deuxième valeur d'âge, à comparer à celle obtenue par l'âge plateau.
- Mettre en évidence un éventuel excès d'argon. En effet le rapport  $(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{initial}}$  correspond à la valeur de ce rapport à  $t=0$ , i.e à la fermeture du système. Ainsi, si ce rapport est statistiquement différent de la valeur atmosphérique, cela met en avant un excès ou une perte d'argon.

### III.A.5) Pourquoi deux méthodes de datation?

Les méthodes de datation  $^{40}\text{K}$ - $^{40}\text{Ar}$  et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ont chacune leurs limites (*Table III.4*).

*Table III.4 : Avantages et inconvénients des méthodes K-Ar sans traceur et Ar/Ar.*

Méthode	K/Ar	$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$
<b>Avantages</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Pas d'irradiation des échantillons.</li><li>- Permet la mesure de faibles teneurs en <math>^{40}\text{Ar}^*</math>, et donc adapté à la datation de laves jeunes.</li><li>- Mise en œuvre et mesure rapide.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Nécessite une faible quantité d'échantillon (quelques centaines de milligrammes).</li><li>- Certaines hypothèses de base de l'horloge K-Ar sont vérifiables : évolution en système clos (avec le spectre d'âge) et <math>^{40}\text{Ar}^* = 0</math> (avec les isochrones).</li></ul>
<b>Inconvénients</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Poids élevé de l'échantillon (&gt;1g).</li><li>- Hypothèses de bases de l'horloge K-Ar non vérifiables.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Protocole de mesure long.</li><li>- Irradiation préalable.</li><li>- Nécessite de nombreuses corrections (dus à des réactions secondaires lors de l'irradiation).</li><li>- Effet de recul possible, compliquant la datation d'échantillons très fins ou vitreux.</li></ul>

La combinaison de ces 2 méthodes permet, grâce à leur complémentarité, d'obtenir plus d'informations sur l'échantillon à dater qu'elles ne le permettent individuellement. Combiner ces deux méthodes permet ainsi d'obtenir des âges plus robustes.

### **III.B) Etude Paléomagnétique**

L'étude paléomagnétique menée dans cette thèse a pour but de déterminer la direction et la paléointensité des laves étudiées. Après un court rappel sur les mécanismes d'aimantation des laves, je présenterai dans ce chapitre les différentes analyses paléomagnétiques que j'ai effectuées ainsi que leur pertinence dans la compréhension des phénomènes étudiés. Pour chacune, la théorie ainsi que la méthode analytique, telle que développée et/ou utilisée au LSCE, seront détaillées.

#### **III.B.1) Bases de l'étude paléomagnétique**

Les laves sont en partie composées de minéraux magnétiques qui acquièrent leur aimantation en refroidissant sous l'effet du champ magnétique terrestre (CMT) régnant au moment de ce refroidissement.

A haute température, la lave ne possède pas d'aimantation. En refroidissant sous la Température de Curie ( $T_C$ ), les minéraux magnétiques vont commencer à s'aimanter. Ainsi chaque grain magnétique possède une température de blocage  $T_B$  (dépendante de sa nature et de sa taille) tel que  $T_B \leq T_C$ , et à partir de laquelle l'énergie du CMT prédomine sur l'agitation thermique et oriente les moments magnétiques selon sa direction et son intensité. La roche acquiert ainsi une aimantation stable, spontanée (rémanente), dirigée selon la direction du CMT et dont l'intensité est proportionnelle à celle du CMT. Cette aimantation se fait progressivement lors du refroidissement en sommant les contributions des familles de grains magnétiques atteignant successivement leur  $T_B$ . A l'inverse, en réchauffant une lave à partir de la température ambiante, les minéraux magnétiques perdront peu à peu leur aimantation en atteignant leurs températures de déblocage ( $T_{UB}$ ) respectives.

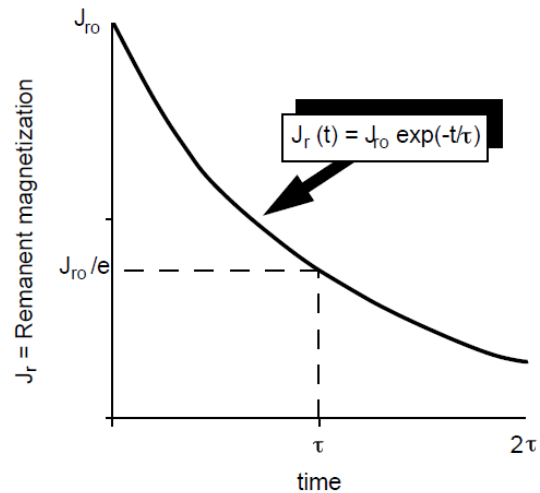
L'aimantation acquise par refroidissement sous un champ entre  $T_C$  et la température ambiante définit l'aimantation thermorémanente (TRM) de la roche. Cette TRM est portée par les minéraux magnétiques présents dans la mésostase de la lave. Elle se définit sous forme de vecteur ayant une direction définie par la déclinaison ( $D$ ) et l'inclinaison ( $I$ ), et une intensité ( $F$ ).

La TRM décroît au cours du temps selon une loi de décroissance exponentielle (*Figure III.15*) :

$$J_r(t) = J_{r0} e^{-t/\tau}$$

Avec :

- $J_r$  : aimantation rémanente
- $J_{r0}$  : aimantation rémanente initiale
- $t$  : temps
- $\tau$  : temps caractéristique de relaxation où  $J_r = J_{r0}/e$



*Figure III.15 : Décroissance de l'aimantation rémanente (d'après Butler, 1992).*

La relaxation magnétique a été étudiée par Louis Néel qui a abouti à la formulation d'une équation pour le temps caractéristique de relaxation magnétique ( $\tau$ ) pour les grains monodomaines (définition en III.B.2) :

Avec : -  $C$  : facteur de fréquence =  $10^{-8}$  s

-  $v$  : volume du grain

-  $h_c$  : champ coercitif du grain SD

-  $J_s$  : aimantation de saturation du minéral

-  $kT$  : énergie thermique

$$\tau = \frac{1}{C} \exp\left(\frac{vh_c J_s}{2kT}\right)$$

Cette équation illustre bien la compétition entre l'énergie de blocage et l'énergie thermique ( $kT$ ), et la prédominance de cette dernière lorsque la température augmente.

Le temps de relaxation est extrêmement variable selon la nature des porteurs d'aimantation et leur taille. Ainsi, les grains appelés superparamagnétiques perdent leur aimantation en quelques millisecondes, alors que l'ordre de grandeur du temps de relaxation d'un grain monodomaine est de 1 Ma/ 1 Ga. Pour cette raison, l'aimantation des monodomaines est qualifiée de stable dans le temps. Ils peuvent donc être utilisés pour reconstruire la variabilité passée du CMT.

### **III.B.2) Minéralogie magnétique – nature et taille des grains**

Les principaux minéraux ferromagnétiques caractéristiques des roches magmatiques sont des oxydes de fer et de titane. Comme le montre le diagramme  $TiO_2-FeO-Fe_2O_3$  (Figure III.16), le Titane pouvant se substituer au Fer dans les réseaux cristallins, plusieurs continuums de compositions chimiques existent pour chaque famille d'oxydes. On parle

alors de titanomagnétites (du pôle magnétite au pôle ulvospinel) et de titanohématites (du pôle hématite au pôle ilménite).

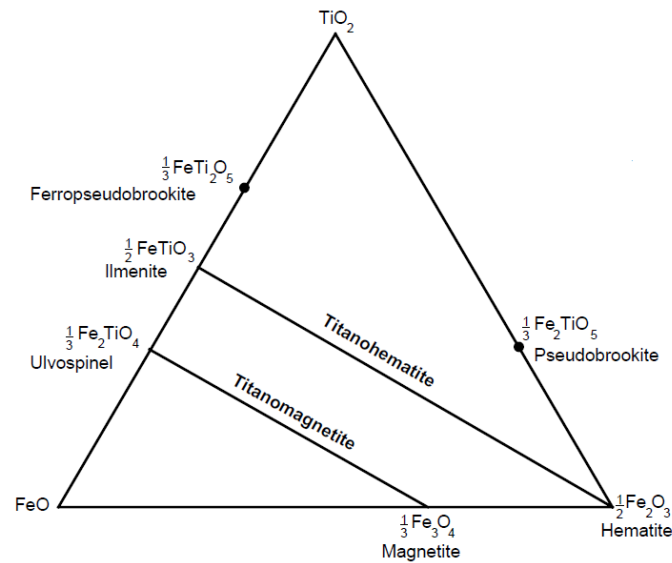


Figure III.16 : Diagramme  $\text{TiO}_2\text{--FeO--Fe}_2\text{O}_3$  (d'après Butler, 1992).

Cette composition chimique influe sur les paramètres magnétiques du minéral (température de Curie, aimantation de saturation,...) et donc sur l'échantillon qui les contient (Figure III.17). Les titanomagnétites, de formule générale  $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ , ont donc des propriétés physiques variant entre celles de la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) et de l'ulvospinel ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ). Le paramètre  $x$  indique le taux de substitution en titane (qui remplace le fer) et varie de 0 (pas de titane, on a alors de la magnétite) à 1 (substitution maximale, on a alors de l'ulvospinel).

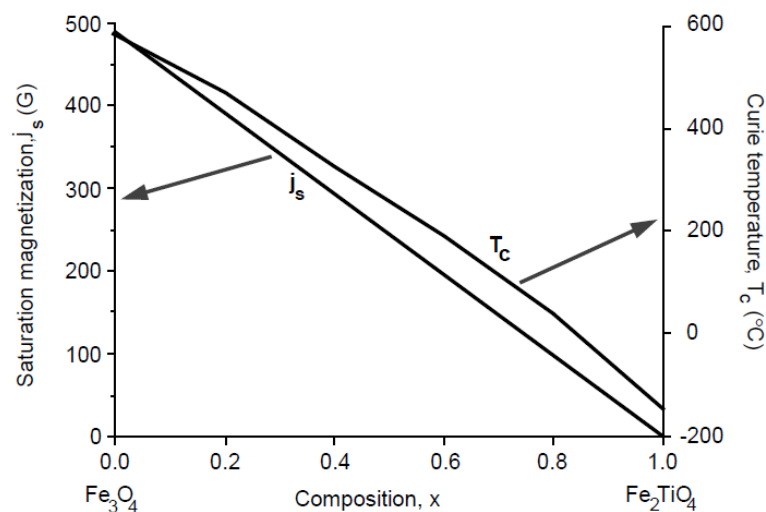
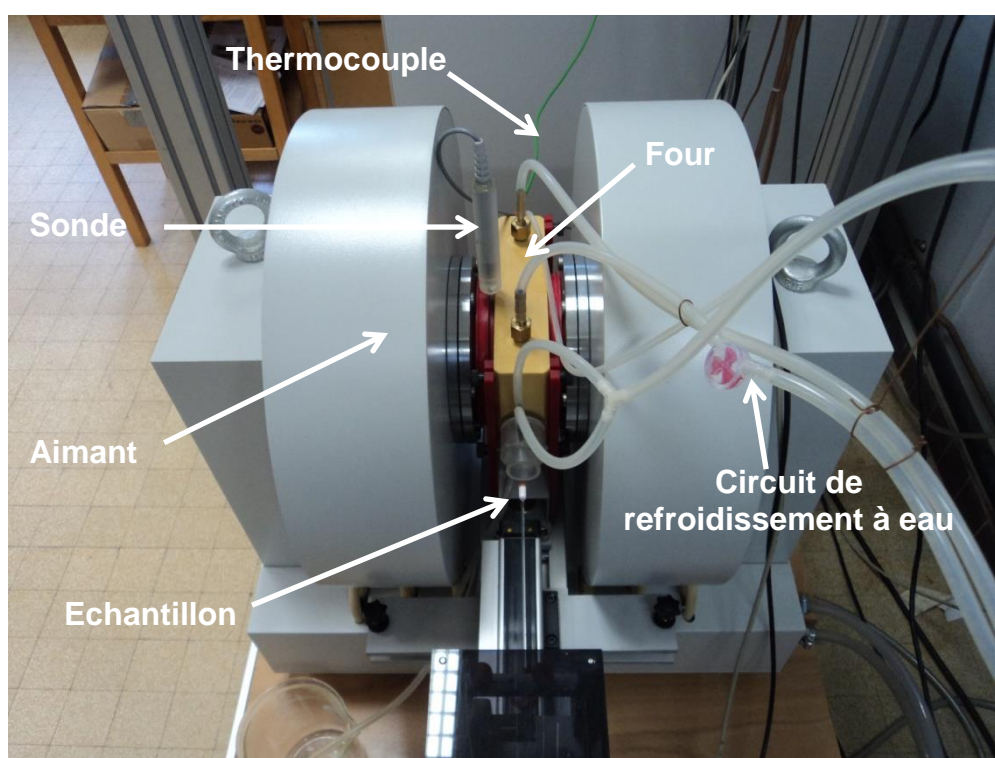


Figure III.17 : Evolution de l'aimantation de saturation ( $J_s$ ) et de la Température de Curie selon la composition des titanomagnétites (d'après Butler, 1992).

L'étude de la minéralogie magnétique telle que je l'ai menée dans cette thèse consiste en trois types d'analyses : des courbes thermomagnétiques, des cycles d'Hystérésis et des diagrammes FORCs (First Order Reversal Curves). Ces analyses ont des buts différents. Ainsi, les courbes thermomagnétiques renseignent sur la nature chimique des porteurs d'aimantation et les changements minéralogiques qui peuvent les affecter lors de la chauffe, alors que les diagrammes d'hystérésis et de FORCs fournissent des informations sur la distribution des tailles des grains porteurs d'aimantation. Ces analyses vont à présent être détaillées.

### III.B.2.a) Analyses thermomagnétiques

Les courbes thermomagnétiques ont été obtenues au LSCE en utilisant une balance de Curie (Advanced VFTB, Petersen Instruments), présentée ci-dessous (*Figure III.18*). Les mesures sont effectuées sur de la poudre de lave, obtenue en broyant une fine lamelle prise à la base de la carotte (zone non altérée de celle-ci).



*Figure III.18 : Balance de Curie utilisée pour les courbes thermomagnétiques.*

La poudre est placée dans un porte-échantillon, lui-même placé dans un four, entre les 2 pôles de l'aimant. Toutes les expériences ont été menées à l'air libre. L'échantillon est dans un premier temps chauffé depuis la température ambiante jusqu'à 650°C ce qui permet de parcourir le spectre des  $T_{ub}$  jusqu'à la  $T_C$  (si celle-ci est inférieure à 650°C). Il est ensuite refroidi jusqu'à sa température initiale, toujours sous champ et réacquiert donc progressivement une aimantation parcourant le spectre des  $T_b$  depuis la  $T_C$  (si inférieure à

650°C). Un cycle chauffe-refroidissement dure 35 mn pendant lesquelles un champ est en permanence appliqué à l'échantillon (par l'intermédiaire des bobines).

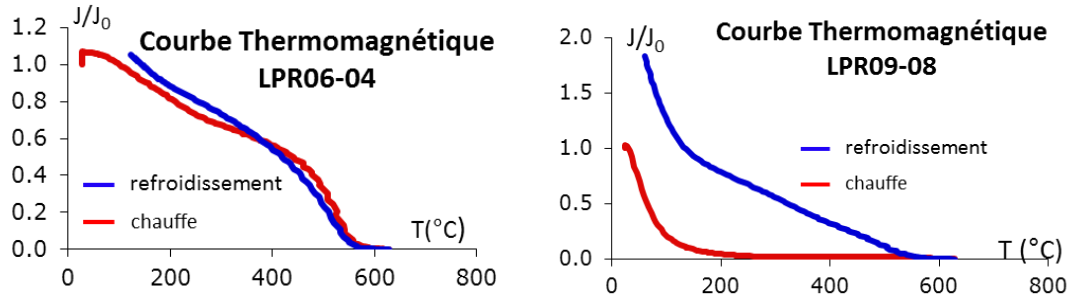
Quelques échantillons ont été analysés avec des cycles plus lents pour examiner l'effet du temps de chauffe sur le résultat. Aucune influence notable n'a été constatée.

Les mesures, effectuées à l'air libre, expliquent que nous avons parfois noté une légère oxydation, du moins visuellement, de la poudre. En effet, l'échantillon est parfois légèrement oxydé en surface, témoignant certainement de la formation d'un peu d'hématite mais dans la grande majorité des expériences, l'échantillon conserve la même couleur avant et après la chauffe.

Les résultats sont illustrés par des courbes de l'aimantation induite ( $J$ ), normalisée par l'aimantation initiale ( $J_0$ ), en fonction de la température lors d'un cycle chauffe-refroidissement (*Figure III.19*).

Trois types de diagrammes ont été obtenus :

- 1<sup>er</sup> type de diagramme : l'aimantation décroît progressivement au cours de la chauffe pour disparaître totalement vers 550-580°C témoignant d'une phase dominante voire unique portée par des magnétites pauvres en titane. Les deux courbes de chauffe et de refroidissement sont similaires et cette réversibilité se traduit également par le fait que l'aimantation totale de l'échantillon en fin de cycle est quasi identique à celle du départ. Aucune altération de ces magnétites n'a donc eu lieu lors de la chauffe. (*Figure III.19*).
- 2<sup>ème</sup> type de diagramme : l'aimantation disparaît à beaucoup plus basse température (entre 200°C et 250°C). La courbe de chauffe reste ensuite plate et nulle jusqu'à la fin mais la courbe de refroidissement montre qu'une aimantation nouvelle est acquise dès le passage à environ 580°C. L'aimantation continue ensuite à croître pour atteindre des valeurs supérieures à celles mesurées en début de cycle à 20°C. La chauffe a donc provoqué des changements de taille et/ou de nature minéralogique. (*Figure III.19*). Cela peut illustrer la présence de titanomagnétites riches en titane qui évoluent au cours de la chauffe en magnétites plus pauvres en titane (aimantation plus forte) avec migration du titane pour former des lamelles d'ilménite non magnétiques. Ceci est le phénomène connu d'exsolution dans les titanomagnétites (*Dunlop et Ozdemir, 1997*).
- 3<sup>ème</sup> type de diagramme : l'aimantation décroît dès les basses températures, puis affiche un palier (plus ou marqué) pendant lequel elle décroît faiblement, voire pas du tout. Une deuxième baisse d'aimantation a alors lieu à température plus élevée (400-450°C) et se poursuit jusqu'à la disparition totale de l'aimantation.



*Figure III.19 : Graphiques représentatif de ceux obtenus lors d'analyses thermomagnétiques. A gauche, L'échantillon LPR 06-04 contient vraisemblablement de la titanomagnétite pauvre en titane. A droite, l'échantillon LPR09-08 contient vraisemblablement de la titanomagnétite riche en titane. L'échantillon LPR 06-04 subit moins de changements minéralogiques que l'échantillon LPR09-08 (les courbes de chauffes et refroidissement sont plus proches).*

Certains échantillons présentant des changements minéralogiques importants ont été retenus pour des cycles partiels successifs de chauffe-refroidissement sur l'intervalle 20-650°C (généralement un cycle par palier de 100°C). Cette expérience a pour but de déterminer les températures des changements minéralogiques. Les carottes d'un même site présentant la plupart du temps des spectres thermiques similaires, ces cycles partiels n'ont été réalisés que pour 1 à 2 carottes par site lorsque ce type d'expérience était jugée nécessaire.

En résumé, les courbes thermomagnétiques permettent d'obtenir de nombreuses informations sur la fraction magnétique de l'échantillon :

- Le spectre thermique.
- La température de Curie ( $T_c$ ), repérée au point où toute l'aimantation est annulée.
- La nature de la minéralogie magnétique, déduite du diagramme de chauffe et de la température de Curie.
- Une quantification des transformations minéralogiques ayant lieu lors d'un cycle chauffe-refroidissement. Une grande réversibilité lors de ce cycle témoigne de faibles transformations minéralogiques.

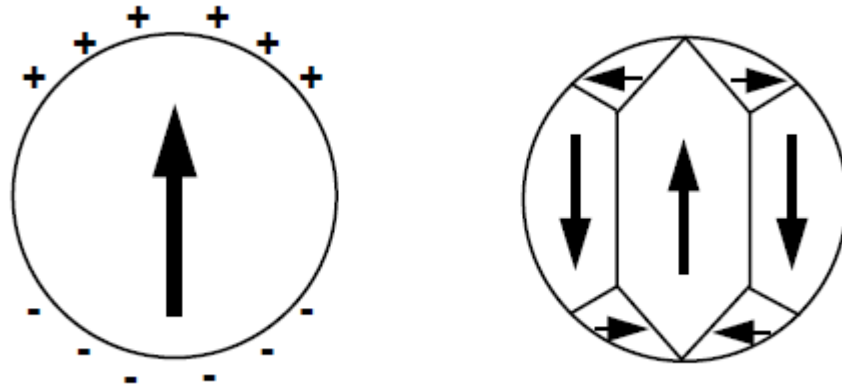
### **III.B.2.b) Diagrammes d'Hystérésis et FORC**

Les propriétés magnétiques d'une lave dépendent non seulement de la nature minéralogique mais également de la taille des grains magnétiques porteurs de l'aimantation.

Au début de sa formation, un grain est de petite taille et ne possède qu'un seul domaine magnétique (*Figure III.20*) : il est qualifié de monodomaine (SD) et son aimantation est très stable dans le temps. Dans certaines conditions, le grain peut continuer à se



développer (refroidissement lent des cœurs de coulées par exemple). Afin de minimiser les énergies, en particulier magnétostatiques, des parois dites « de Bloch » se développent, divisant le grain en plusieurs domaines de Weiss (*Figure III.20*). Un tel grain est qualifié de multidomaine (MD). Entre ces deux tailles de grain existent les Pseudo Monodomaine (PSD).

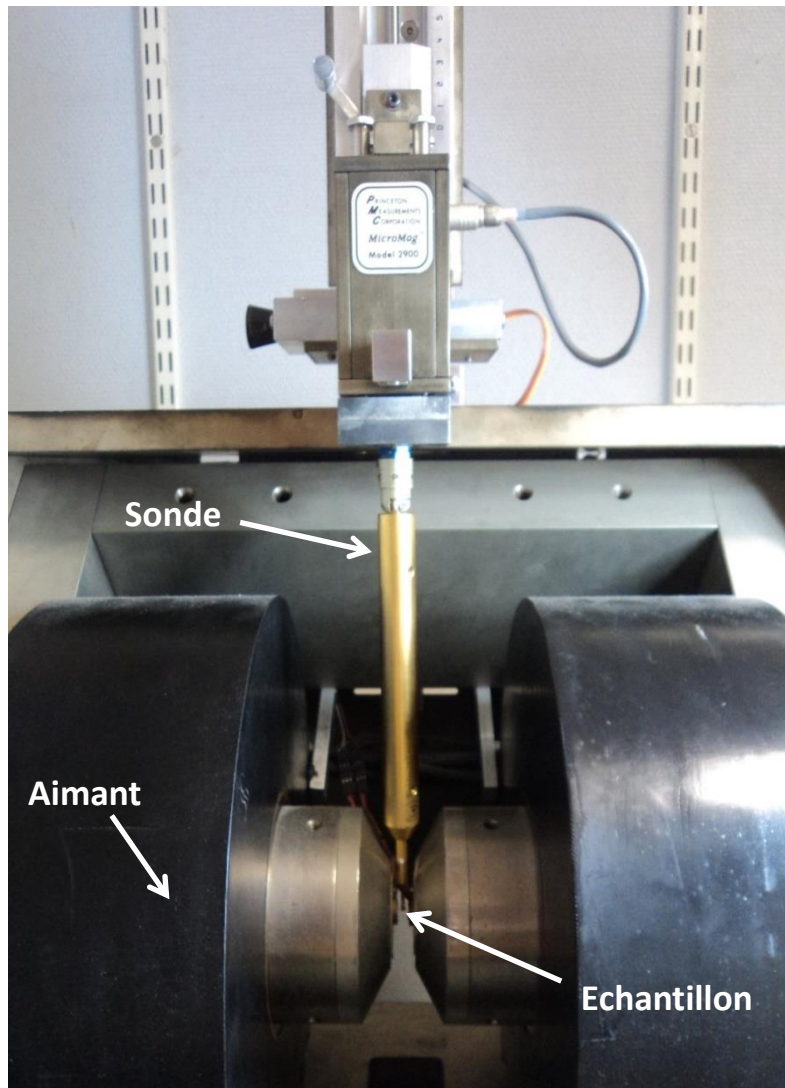


*Figure III.20 : Illustrations d'un grain monodomaine à gauche, et d'un grain multidomaine à droite (d'après Butler, 1992).*

Alors que les courbes thermomagnétiques permettent d'identifier la magnétite ou de la titanomagnétite comme porteur de l'aimantation, ce qui est le cas pour nos échantillons (voir Chapitre IV), les cycles d'Hystérésis magnétiques et les diagrammes FORCs permettent d'obtenir des informations sur la distribution de la taille des grains. Ce sont donc ces expériences complémentaires que j'ai menées.

#### III.B.2.b.1) Diagramme d'Hystérésis : protocole expérimental et principe

Les cycles d'Hystérésis et diagrammes FORCs ont été obtenus grâce à un magnétomètre à gradient de champ alternatif de type Micromag 2900 (Princeton Meas. Corp.). Le principe de fonctionnement de cet appareil a été décrit en détail par *Flanders (1988)*. L'échantillon de lave, d'environ 1x1 mm et le moins épais possible, est soigneusement placé sur une sonde. Celle-ci est ensuite descendue entre les deux pôles de l'aimant (refroidis par circulation d'eau) pour la mesure (*Figure III.21*), à température ambiante constante, et sous un champ continu d'intensité variable.



*Figure III.21 : Mesure d'un échantillon au Micromag 2900.*

Les bobines délivrent un champ ( $H$ ) qui interagit avec les moments magnétiques de chaque particule ( $j$ ) selon l'équation :

$$e_H = -jH/2$$

Sous l'action d'un champ imposé, le moment magnétique d'une particule va s'orienter dans la direction de ce champ pour une valeur d'énergie d'interaction  $e_H$  supérieure aux barrières énergétiques s'opposant au déplacement des parois de Bloch pour les multidomaines et/ou à la rotation de ces moments.

Dans cette expérience, nous procédons tout d'abord à un paramétrage qui permet à l'instrument de trouver par itérations la fréquence de résonance de la sonde et de l'échantillon. C'est à cette fréquence que le signal pourra être mesuré et amplifié ce qui donne à l'instrument une sensibilité importante. Ce réglage des paramètres se fait à 1 Tesla (T). L'échantillon est ensuite soumis à un champ continu variant de +1 à -1T. La réponse de l'échantillon à cette variation de champ est mesurée et décrit un chemin formant un cycle

d'Hystérésis (Figure III.22.a). Plus la valeur de champ imposé croît, plus des barrières énergétiquement importantes peuvent être franchies. Ainsi, lorsque le champ augmente, les moments des particules ferromagnétiques MD dont la direction est la plus proche de celle de champ imposé voient leurs domaines magnétiques croître par déplacement des parois de Bloch au détriment des autres domaines. A fort champ, le forçage ultime (qui est le seul intervenant pour les particules SD) provoque la rotation du moment magnétique pour l'aligner avec le champ appliqué. La saturation des grains à aimantation rémanente est atteinte et l'augmentation du champ à des valeurs supérieures n'a alors pour effet que de mobiliser la fraction paramagnétique.

Une fois corrigé en chaque point de la contribution paramagnétique, déterminée par la pente réversible à haut champ, ce cycle donne accès à plusieurs paramètres magnétiques caractéristiques de l'échantillon (Figure III.22.a) : le moment à saturation ( $M_s$ ), le moment rémanent à saturation ( $M_r$ ) et le champ coercitif ( $H_c$ ). Les définitions de ces termes sont fournies dans l'Annexe 2.

Le champ coercitif rémanent ( $H_{cr}$ ) est déterminé par une expérience annexe (Figure III.22.b) : l'échantillon est soumis à un champ de 1 T pendant 2 secondes. Le champ est annulé et le moment rémanent à saturation ( $M_r$ ), déjà déterminée par l'intersection de la courbe d'hystérésis avec l'axe des ordonnées (champ = 0), est de nouveau mesurée. A partir de  $M_r$ , des champs augmentant progressivement dans les valeurs négatives sont appliqués. A chaque fois, le champ est annulé et la mesure est faite.  $H_{cr}$  est le point d'intersection avec la droite des abscisses (aimantation = 0).

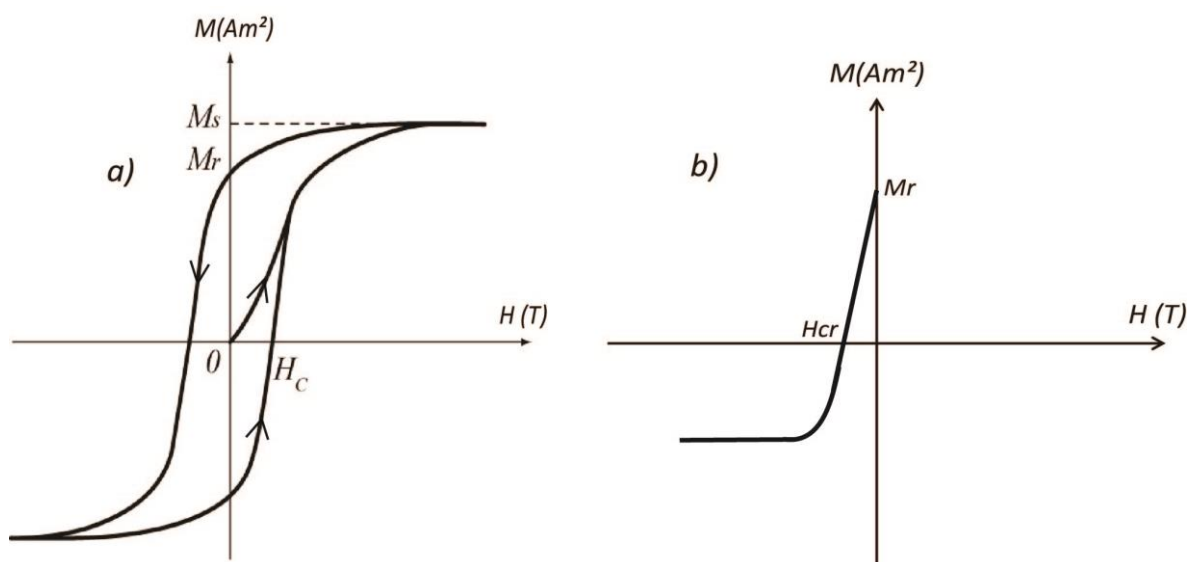


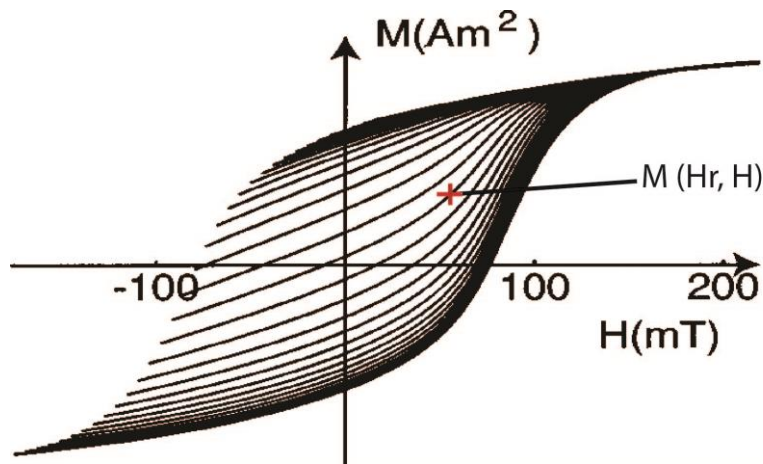
Figure III.22 : a) Cycle d'hystérésis et détermination des paramètres  $M_s$ ,  $M_r$  et  $H_c$ . b) Détermination de  $H_{cr}$ .

Pour avoir accès à la taille moyenne des grains de magnétite dans les échantillons, les paramètres obtenus ont été reportés sur un diagramme  $H_{cr}/H_c$  en fonction de  $M_r/M_s$ , tel que celui présenté par Dunlop (2002) faisant suite et modifiant celui proposé par Day et al. (1977) en le rendant plus précis.

Cette taille moyenne peut être représentative d'une taille de grain dans l'échantillon tout comme elle peut résulter d'un mélange variable de plusieurs « end-members » (*Muxworthy et Roberts, 2007*). Afin de mieux cerner le spectre de taille des magnétites au sein des échantillons étudiés, des diagrammes FORCs ont été construits.

### III.B.2.b.2) Diagrammes de FORCS

Les diagrammes de FORC sont construits en mesurant un grand nombre de cycles d'Hystérésis partiels appelées « First-Order reversal Curves ». Le champ appliqué décroît d'une valeur de saturation positive jusqu'à atteindre une valeur d'inversion  $H_r$ . Un FORC correspond à la courbe de ré-aimantation entre  $H_r$  et la valeur de champ de saturation positive. Pour une même analyse, un grand nombre de FORCs est mesuré de manière à ce que ces FORCs remplissent l'intérieur d'un cycle d'Hystérésis (*Figure III.23*). Dans cette thèse, l'analyse est faite sur 100 cycles d'Hystérésis partiels.



*Figure III.23 : Illustration d'une analyse de FORCs (modifié d'après Pike et al., 1999).*

L'aimantation  $M$  d'un FORC est définie par  $M(H_r, H)$ . La distribution d'un FORC est définie à partir de la dérivée secondaire partielle suivante :

$$\rho(H_r, H) = - \frac{\partial^2 M(H_r, H)}{\partial H_r \partial H}$$

Pour tracer cette distribution de FORC, il est d'usage d'effectuer le changement de coordonnées suivant :  $H_c = (H - H_r)/2$ , et  $H_u = (H + H_r)/2$ .

Plus de détails sur l'obtention de ces diagrammes sont disponibles dans *Pike et al. (1999)* et *Roberts et al. (2000)*.

Les résultats sont exploités à l'aide du logiciel FORCINEL (*Harrison et Feinberg, 2008*).

En fonction du diagramme obtenu, les différentes tailles des grains magnétiques présents dans l'échantillon peuvent être déterminées. Ainsi, les grains SD sont caractérisés par des contours proches et concentriques autour d'un pic central (*Roberts et al., 2000*). Les grains MD sont eux caractérisés par des valeurs maximales centrées sur l'axe  $H_c$  et distribuées le long de l'axe  $H_u$  et des contours non concentriques. Les grains PSD présentent des caractéristiques comprises entre ceux du SD et du MD : le pic central est proche de l'axe et les contours sont non-concentriques mais affichent une tendance à se refermer.

*Carvallo et al. (2006)* ont montré qu'environ 30 % des échantillons fournissant des valeurs non fiables de paléointensité peuvent être exclus grâce à une analyse FORCs réalisée au préalable. Néanmoins ces FORCs ne permettent pas d'écarter les échantillons s'altérant durant la chauffe (principale cause d'échec d'une analyse de paléointensité). De plus certains échantillons sont parfois mis à l'écart alors qu'ils fournissent des valeurs acceptables de paléointensité.

L'étude minéralogique permet de sélectionner les échantillons les plus favorables aux expériences de désaimantation thermique et Thellier et Thellier (altération la plus faible possible lors d'une analyse thermomagnétique et grains SD), et préparer au mieux ces dernières à l'aide des spectres thermiques obtenus.

### **III.B.3) Désaimantation thermique**

#### **III.B.3.a) Principe de la désaimantation thermique**

La désaimantation thermique en champ nul permet d'accéder aux paléodirections (déclinaisons et inclinaisons) des échantillons.

L'échantillon est chauffé à une température  $T_{\text{appliquée}}$ . Tous les grains magnétiques rémanents pour lesquels  $T_{UB} < T_{\text{appliquée}}$  et possédant un temps de relaxation inférieur au temps de chauffe à  $T_{\text{appliquée}}$  perdent leur aimantation rémanente. Ils sont ensuite refroidis en champ parfaitement nul : chaque grain pour lequel  $T_{UB} = T_B < T_{\text{appliquée}}$  acquiert une aimantation aléatoire telle que la somme de ces contributions s'annule. L'échantillon n'acquiert donc aucune aimantation lors de ce refroidissement, dans le temps de relaxation permis par l'expérience et si  $T_B = T_{UB}$ , mais il perd ainsi un peu de son aimantation initiale. Les grains ne possédant pas tous une  $T_{UB}$  identique, la désaimantation se fait par paliers de chauffés successives à des températures de plus en plus élevées, jusqu'à ce que  $T_{\text{appliquée}}$  soit supérieure à la  $T_{UB}$  de chaque porteur d'aimantation. L'échantillon est alors désaimanté.

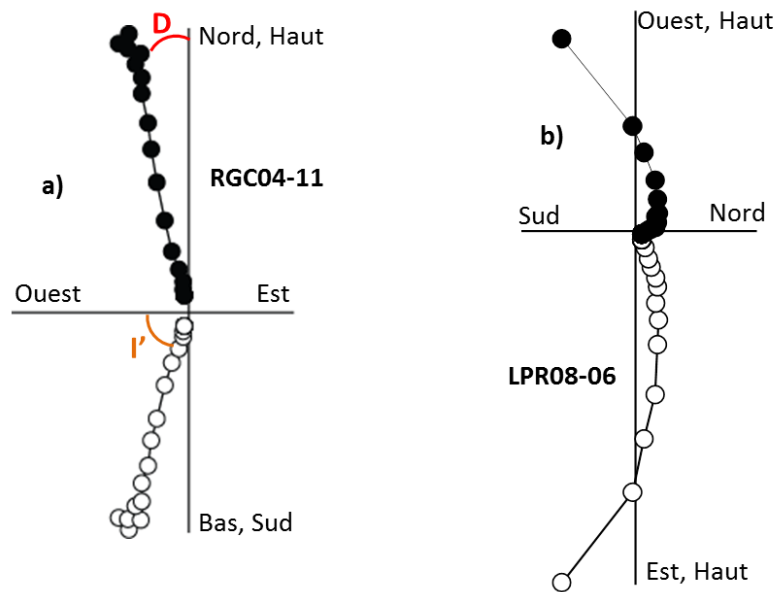
### **III.B.3.b) Protocole de désaimantation**

La totalité de l'expérience de désaimantation a été réalisée dans la chambre amagnétique du LSCE. Les échantillons, des cylindres de lave de demi-taille standard (i.e. 25 de diamètre x 11 mm d'épaisseur), sont placés sur un porte échantillon (35 cm de long, 3 rangées et capacité d'environ 40 échantillons), et chauffés par paliers successifs de température croissante. La chauffe est effectuée par un four PYROX à champ nul. Ce four est divisé en 3 zones indépendantes de chauffe de façon à minimiser son gradient thermique qui ne dépasse pas 5°C à haute température.

Les échantillons sont chauffés de 65 à 580°C, par paliers de 10 à 50°C selon la perte de l'aimantation naturelle rémanente (NRM) prévue sur la base des informations fournies par les courbes thermomagnétiques. Ainsi, plus la diminution prévue de la NRM est importante, plus le palier suivant sera thermiquement proche. Après une chauffe d'1h les échantillons sont poussés dans la partie refroidissement se trouvant dans la continuité du four et isolée de celui-ci par une porte rotative. Le refroidissement dure de 30 mn à 1h et se fait par circulation d'air en champ parfaitement nul. Les échantillons sont ensuite individuellement mesurés selon 2 positions différentes à l'aide d'un magnétomètre cryogénique à SQUID 2G-Enterprises 755-R et avec un logiciel développé au laboratoire.

### **III.B.3.c) Interprétation et intérêts de l'expérience**

Cette analyse a pour but de définir la direction de l'aimantation caractéristique rémanente (ChRM) de l'échantillon, obtenue quand tout ou une partie des points de désaimantation sont alignés. Lorsque c'est le cas, l'analyse de la composante principale (*Kirschvink, 1980*) permet d'obtenir l'inclinaison et la déclinaison moyenne du paléovecteur ainsi que la déviation angulaire maximale (MAD) entre les valeurs des directions obtenues à chaque étape (*Figure III.24.a*). Cette analyse permet de détecter la présence d'une éventuelle aimantation secondaire, et d'estimer à partir de quelle température elle est détruite et la ChRM devient accessible. Parfois la ChRM ne peut être obtenue car l'aimantation de l'échantillon résulte de plusieurs aimantations dont les spectres thermiques se superposent jusqu'à haute température (*Figure III.24.b*).



*Figure III.24 : Allure des diagrammes de Zijderveld. a) Cas d'un échantillon à direction stable et mono-composante : ChRM obtenue (D et I' sur le schéma). b) Cas d'un échantillon multicomposante : impossible d'obtenir les paramètres directionnels de la ChRM initiale.*

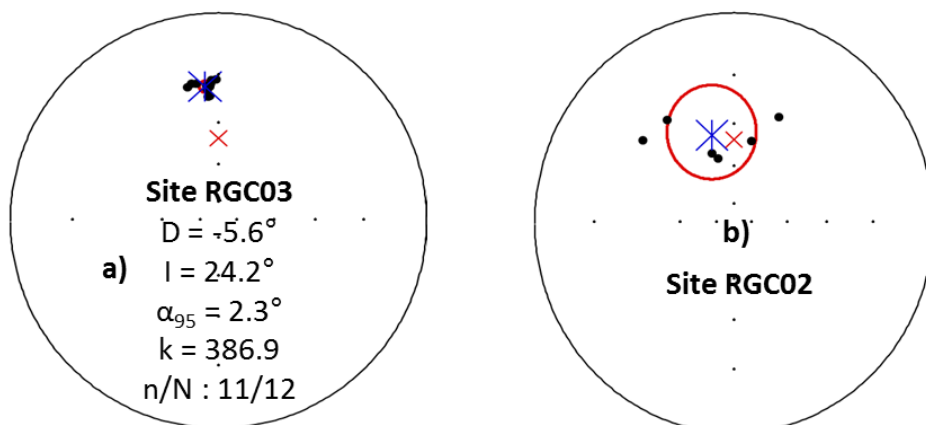
Les résultats obtenus sont représentés sur un diagramme de désaimantation en double projection (Zijderveld, 1967) représenté dans la Figure III.24 ci-dessus. Chaque étape de chauffe y est représentée par un point dont la distance à l'origine est fonction de l'intensité. L'alignement des points donne accès aux paramètres angulaires projetés du paléovecteur D et I' (inclinaison projetée soit sur le plan haut-bas-E-W soit sur le plan haut-bas-N-S). L'inclinaison vraie I est calculée à partir de D et I'. Tous les diagrammes exploitables l'ont été par le calcul d'une droite ancrée à l'origine.

Une projection stéréographique est également utilisée pour chaque échantillon. L'ensemble des points de chaque étape est regroupé sur le même stéréogramme où ils sont tous rapportés à la même intensité unité (Figure III.25.a). Cela permet d'examiner d'une autre manière l'évolution de la direction de l'aimantation de l'échantillon lors d'une désaimantation thermique et de déterminer en particulier si la non-linéarité sur le diagramme en double projection correspond à un grand cercle illustrant la disparition simultanée de deux composantes d'aimantation (Figure III.25.b).



*Figure III.25 : Stéréogrammes des échantillons RGC 04-111 pour lequel la ChRM est obtenue par analyse en composante principale (a), et LPR 08-06G pour lequel il est impossible d'obtenir la ChRM et dont la direction de NRM suit un grand cercle (b).*

Les paramètres angulaires des ChRMs de chaque échantillon d'un même site sont ensuite reportés sur un stéréogramme et la direction moyenne du site est calculée en utilisant la statistique de Fisher.  $\alpha_{95}$ , le demi-angle au sommet du cône axé sur la direction moyenne et dans lequel on a 95% de chances de trouver la direction vraie, donne la précision avec laquelle cette direction moyenne est définie. Plus les directions des différentes ChRMs sont proches, plus la valeur du  $\alpha_{95}$  est faible. Cette projection stéréographique permet de repérer les échantillons d'un site ayant une direction aberrante et donc de les écarter. A partir des directions des ChRMs restantes, la direction moyenne du paléovecteur du site est calculée (*Figure III.26.a*). Un écart des directions peut être dû à divers phénomènes tels qu'une imprécision lors de l'orientation de la carotte sur le terrain, une petite déviation de la génératrice, ou encore un léger mouvement de bloc non repéré sur le terrain. Il peut également arriver qu'il ne soit pas possible d'obtenir la direction moyenne du paléovecteur d'un site en raison d'une trop grande dispersion des directions des ChRMs des échantillons du site (*Figure III.26.b*). C'est alors le site entier qui sera rejeté.



*Figure III.26 : Projection sur stéréogramme des directions des ChRMs des carottes d'un même site. a) Site RGC03 : les directions des ChRMs sont proches et permettent de calculer la direction moyenne du paléovecteur de ce site. b) Site RGC02 : les directions des ChRMs ont des valeurs trop différentes (illustrées par le contour rouge très développé du  $\alpha_{95}$ ) pour donner une direction moyenne au paléovecteur du site.*



Par ailleurs, lorsque l'aimantation décrit un grand cercle lors de la désaimantation, une direction moyenne pour le site peut éventuellement être déterminée si les grands cercles sont différents d'un échantillon à l'autre, traduisant des aimantations secondaires de directions différentes et des directions primaires identiques, directions vers lesquelles convergent les grands cercles. La direction moyenne finale du site sera alors déterminée par le point d'intersection des grands cercles.

La désaimantation thermique permet dans un premier temps de déterminer si la composante stable de l'aimantation est accessible pour chaque échantillon et, si tel est le cas, d'en déduire la ChRM. Dans un second temps, elle permet d'établir si les directions des ChRMs des carottes d'un même site sont cohérentes et si tel est le cas, d'en déduire la direction moyenne de la TRM primaire de la coulée.

### **III.B.4) Mesure de la paléointensité**

Les premiers travaux à s'intéresser à la détermination de l'intensité et de la direction du CMT datent de l'article de *Folgheraiter (1899)* avec l'étude de vases anciens. Par la suite, de nombreux travaux ont permis de mieux cerner les propriétés de la TRM (*Koenigsberger, 1938; Thellier, 1937 a et b; Thellier, 1938*) ainsi que les liens de proportionnalité entre l'aimantation thermorémanente acquise et champ de faible intensité (proche de celle du CMT) appliqué (*Nagata, 1943*). Les publications précédentes étant difficilement accessibles, ces informations sont issues d'une synthèse réalisée par *Dunlop (2011)*.

Lors de sa solidification, une roche refroidie sous un CMT  $H_{\text{paléo}}$  et acquiert une TRM telle que :

$$\text{TRM} = \alpha \times H_{\text{paléo}}$$

Les analyses préliminaires permettent de sélectionner uniquement les échantillons pour lesquels la NRM initialement mesurée au début de l'expérience correspond à la TRM initiale, d'où :

$$\text{NRM} = \alpha \times H_{\text{paléo}}$$

La chauffe de ces mêmes échantillons en laboratoire sous un champ  $H_{\text{labo}}$  (proche de  $H_{\text{paléo}}$ ), confère à ces derniers une  $\text{TRM}_{\text{labo}}$  identique à celle d'origine, telle que :

$$\text{TRM}_{\text{labo}} = \beta \times H_{\text{labo}}$$

La difficulté de cette expérience consiste à vérifier que la TRM acquise au laboratoire a le même facteur de proportionnalité avec le champ appliqué que dans le milieu naturel lors du refroidissement, i.e.  $\alpha = \beta$ . Si tel est le cas, il est possible de remonter au CMT existant lors de la formation de ces roches :

$$H_{\text{paléo}} = (H_{\text{labo}} \times \text{NRM}) / \text{TRM}_{\text{labo}}$$

Cependant, comme l'a constaté Folgeraiter dès 1899 par des « mesures sur des vases cuits et recuits à plusieurs reprises », les méthodes à chauffe unique ayant pour but de déterminer l'intensité du CMT aboutissent à des « résultats trop incertains ». Il a fallu attendre la fin des années 50 pour voir *Thellier et Thellier (1959)* développer leur méthode par chauffes successives permettant d'atteindre des valeurs cohérentes de paléointensité. Cette méthode est, aujourd'hui encore, l'une des plus utilisées et a été employée dans cette thèse pour l'analyse des échantillons.

#### **III.B.4.a) La méthode Thellier et Thellier**

Cette méthode, à l'origine développée pour étudier des matériaux archéologiques, s'applique parfaitement aux laves puisque leur NRM initiale est une TRM.

A chaque intervalle de chauffe, la NRM perdue est remplacée par une aimantation thermorémanente partielle (pTRM) acquise lors du refroidissement sous champ imposé. La méthode de Thellier et Thellier repose sur 3 propriétés de cette pTRM :

- Réciprocité : la pTRM acquise à  $T_B$  lors du refroidissement, sera détruite à cette même température  $T_{UB}$  lors d'une nouvelle chauffe. Cette propriété implique en théorie que seuls les échantillons faits de grains SD sont utilisables pour Thellier et Thellier. En effet, pour des SD,  $T_B = T_{UB}$ . Cette propriété, non vérifiée pour les MD (*Dunlop, 2011*), explique le fait que ces derniers fournissent des valeurs peu fiables de l'intensité du CMT (*Levi, 1977*). En pratique les PSD sont également utilisables (*Shcherbakov et Shcherbakova, 2001*).
- Indépendance des pTRM entre elles : la pTRM acquise entre les températures  $T_j$  et  $T_k$  ne dépend pas de celle acquise entre  $T_i$  et  $T_j$ .
- Additivité des pTRM : elle découle de l'indépendance des pTRM. Elle traduit le fait que la  $\text{TRM}_{\text{totale}}$  acquise lors d'un intervalle de température est égale à la somme des pTRM acquises lors des sous-intervalles de température :

$$\text{TRM}_{\text{totale}}(T_0, T_n) = \sum_{0 \leq i \leq n-1} \text{pTRM}(T_i, T_{i+1})$$

Dans la méthode de Thellier et Thellier, la NRM initiale de l'échantillon est mesurée. Puis, à chaque palier de température, des familles de grains atteignent leur  $T_{UB}$  lors de la chauffe et leurs moments magnétiques se retrouvent désorganisés. En refroidissant sous champ imposé de valeur connue  $H_{labo}$ , ces mêmes moments atteignent leur  $T_B$  et s'orientent en fonction du champ imposé. L'échantillon acquiert ainsi une pTRM à chaque palier de température.

L'échantillon est chauffé 2 fois à la même température. Les deux chauffes ne diffèrent que par la direction du champ appliqué qui est, pour la seconde chauffe, l'inverse de celui utilisé pour la première. Cette deuxième chauffe permet dans un premier temps de réduire les effets éventuellement induits par une aimantation non homogène ainsi qu'aux composantes transversales (*Thellier, 1937 a et b*). Dans un second temps, elle permet de calculer pour chaque étape la NRM restante ainsi que la TRM acquise. Ces quantités sont calculées de la façon suivante :

$$NRM = 0.5 \cdot (A_D + A_I)$$

$$TRM = 0.5 \cdot (A_D - A_I)$$

Avec :

- $A_D$  : aimantation totale mesurée après chauffe sous champ direct
- $A_I$  : aimantation totale mesurée après chauffe sous champ inverse

Au cours de l'expérience des étapes de contrôles sont effectuées afin de détecter d'éventuelles transformations magnétochimiques. Ces contrôles consistent à chauffer, sous champ direct, l'échantillon à une température  $T_{n-i}$ , plus basse que celle atteinte ( $T_n$ ) par les chauffes successives. Si la valeur d'aimantation obtenue lors d'une étape de contrôle à une température  $T_{n-i}$  est la même que celle obtenue lors de la double chauffe à  $T_{n-i}$ , alors l'échantillon n'a subi aucune transformation entre  $T_{n-i}$  et  $T_n$ .

### **III.B.4.b) Protocole expérimental**

La sélection des échantillons est basée sur les analyses préliminaires de minéralogie magnétique (grains SD et PSD préférés ainsi qu'échantillons présentant des courbes thermomagnétiques réversibles) et de désaimantation thermique (direction des échantillons stable, et ChRMs d'un même site cohérentes entre elles).

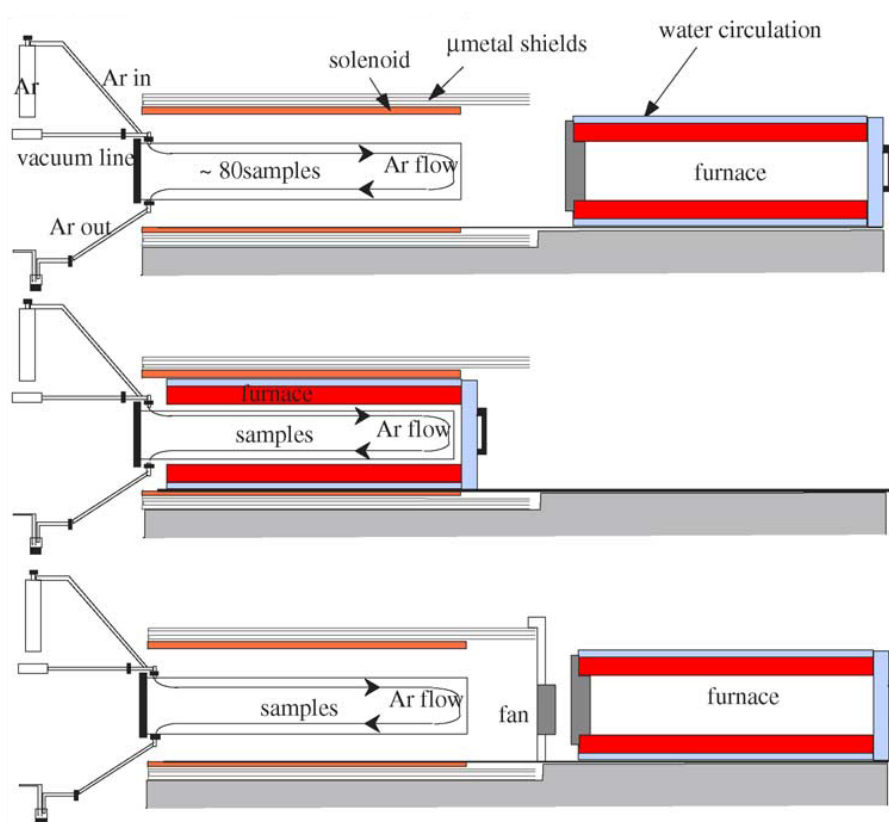
Le spectre thermique obtenu par désaimantation thermique guide le choix des échantillons pouvant être regroupés pour une même fournée.

L'instrument de base pour l'expérience de Thellier et Thellier est le four car ce dernier permet de recréer les conditions sous lesquelles la roche a acquis sa TRM initiale.

Ainsi, le four utilisé au LSCE permet d'imposer aux échantillons le champ désiré de façon homogène et reproductible, indépendant du champ magnétique local et d'avoir une température reproductible et uniforme (i.e. pas de gradient de température dans le four).

#### III.B.4.b.1) Description du dispositif de chauffe

Le dispositif de chauffe est composé de deux parties : une enceinte entourée d'un solénoïde, le tout protégé par plusieurs blindages en  $\mu$ métal. Ce dispositif permet d'appliquer un champ contrôlé à l'intérieur de l'enceinte (grâce au solénoïde) tout en protégeant cette dernière du champ magnétique terrestre (grâce au  $\mu$ métal). La deuxième partie est le four dont le chauffage est assuré par 3 zones indépendantes, individuellement contrôlées par des thermocouples, et commandées par des microprocesseurs. Un tel dispositif permet de minimiser le gradient thermique le long du porte échantillon ( $<2^{\circ}\text{C}$ ). La paroi externe du four est refroidie par une circulation d'eau permanente, afin de ne pas endommager les éléments proches du four (bobine créatrice de champ et blindage magnétique) lors des chauffes répétées, et pour des raisons de sécurité lorsque le four est à l'extérieur. En effet, monté sur rails, le four est préchauffé à l'extérieur de l'enceinte. Pour la chauffe des échantillons, il est glissé au sein de l'enceinte décrite ci-dessus (*Figure III.27*) et vient « coiffer » le tube dans lequel se trouvent les échantillons.



*Figure III.27 : Dispositif de chauffe utilisé pour l'expérience de Thellier et Thellier et illustration d'un cycle chauffe-refroidissement (d'après Kissel et Laj, 2004).*

### III.B.4.b.2) Protocole de chauffe

Les échantillons, de tailles identiques à ceux utilisés pour la désaimantation thermique, sont placés sur un porte échantillon (30 cm de long, 6 rangées et capacité d'environ 80 échantillons) puis introduits dans le tube mentionné ci-dessus. Généralement, les échantillons issus de la partie des carottes située le plus profondément dans la coulée sont choisis car ils sont potentiellement moins endommagés par les phénomènes extérieurs (altération, lessivage, dynamitage,...). Les échantillons conservent la même position sur le porte échantillon tout au long de l'expérience. Ils sont chauffés durant 2h, puis le four est retiré et le refroidissement est accéléré à l'aide d'un ventilateur (*Figure III.27*). Un cycle chauffe-refroidissement dure de 3 à 4h, suivant la température appliquée, pendant lesquelles les échantillons sont en permanence soumis au champ imposé. Avant de placer le four autour du tube contenant les échantillons, ce dernier est successivement pompé pour en extraire l'air, saturé en argon et ainsi pompé/saturé successivement 3 fois. Le cycle chauffe-refroidissement s'effectue sous atmosphère saturée en argon ( $T < 200^{\circ}\text{C}$ ) ou sous un léger flux d'argon ( $T > 200^{\circ}\text{C}$ ), et toujours en présence de charbon actif afin d'éviter l'oxydation ou la réduction des magnétites. *Kissel et Laj (2004)* illustrent l'efficacité de ces mesures contre l'altération des échantillons lors de chauffes successives en observant une quasi-absence d'oxydation des olivines pour des échantillons chauffés avec charbon actif et sous flux d'argon.

Les étapes de chauffe sont précautionneusement choisies en fonction du spectre thermique : trop espacées et la NRM de l'échantillon chute trop vite empêchant ainsi la réalisation d'un nombre satisfaisant d'étapes de contrôle lors de l'analyse. Au contraire, des étapes de chauffes trop rapprochées et donc trop nombreuses augmentent les risques de transformations chimiques par chauffes répétées. Le protocole de chauffe définit au départ sur la base des courbes thermomagnétiques et des désaimantations thermiques est éventuellement progressivement modifié en fonction du comportement de l'échantillon.

Les doubles chauffes ont été effectuées sur une gamme de température variant de 70 à 590°C, par paliers de 5 à 40°C, et avec un nombre de d'étapes de contrôle dépassant la quinzaine pour les échantillons dont l'aimantation résiste jusqu'aux hautes températures. Après chaque cycle de chauffe-refroidissement, les échantillons sont mesurés selon 2 positions différentes avec un magnétomètre cryogénique à SQUID 2G-Enterprises 755-R dans la chambre amagnétique du LSCE. La mesure de la susceptibilité magnétique en champ faible est également faite après chaque chauffe en champ direct pour détecter d'éventuels changements minéralogiques en cours de chauffe.

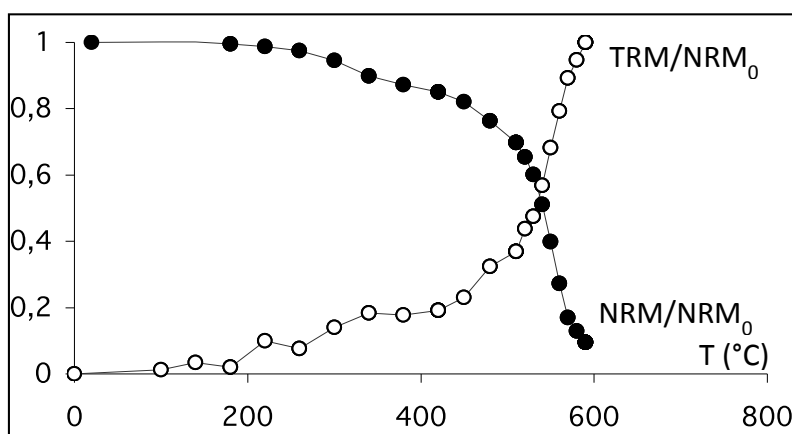
### III.B.4.c) Exploitation des résultats

#### III.B.4.c.1) Présentation des résultats

A partir des mesures obtenues, différents types de graphiques sont tracés afin de visualiser au mieux les résultats de l'expérience de Thellier et Thellier. Les programmes de mesures et d'exploitation utilisés sont ceux développés au LSCE.

#### Suivi de NRM et TRM :

Des courbes de décroissance NRM et d'acquisition TRM (normalisées par l'aimantation rémanente initiale de l'échantillon  $NRM_0$ ) sont tracées en fonction de la température (*Figure III.28*). Ce spectre thermique se construisant étape par étape, ceci confère la possibilité d'éventuellement ajuster les paliers de températures si l'allure du spectre diffère de celle obtenue par désaimantation thermique. Ce cas de figure, rarement survenu lors de cette étude, peut s'expliquer par une différence de cinétique : le temps de chauffe pour Thellier et Thellier est le double de celui de la désaimantation thermique.



*Figure III.28 : Suivi de la NRM et TRM pendant l'expérience de Thellier et Thellier (pour l'échantillon LPR05-01E).*

#### Diagramme d'Arai :

Cette représentation, proposée par Nagata *et al.* (1963), présente la NRM restant à chaque étape, reportée en fonction de la TRM acquise lors de cette même étape. Ce diagramme peut être normalisé par  $NRM_0$  pour avoir un résultat visuel immédiat (*Figure III.29*). Sur ces diagrammes, une étape de double chauffe est représentée par un point. Une étape de contrôle est repérée par deux segments reliant le point à partir duquel le contrôle a été décidé avec le point auquel il est effectué (repéré par un triangle).

Dans le cas d'un échantillon fiable (i.e. dont les minéraux magnétiques sont favorables aux critères d'étude de Thellier et Thellier, et non altérés), le diagramme fournit une droite

(Figure III.29.a) pour laquelle un certain nombre de paramètres doivent être vérifiés (voir III.B.4.c.2). Les cas non idéaux aboutissent à l'apparition d'une concavité ou à un désordre de points (répartition aléatoire ou non linéaire tel qu'illustré en Figure III.29.b). Ces problèmes illustrent des propriétés non fiables de la roche en tant qu'enregistreur du CMT qui n'ont pas détectées lors de la sélection préliminaire.

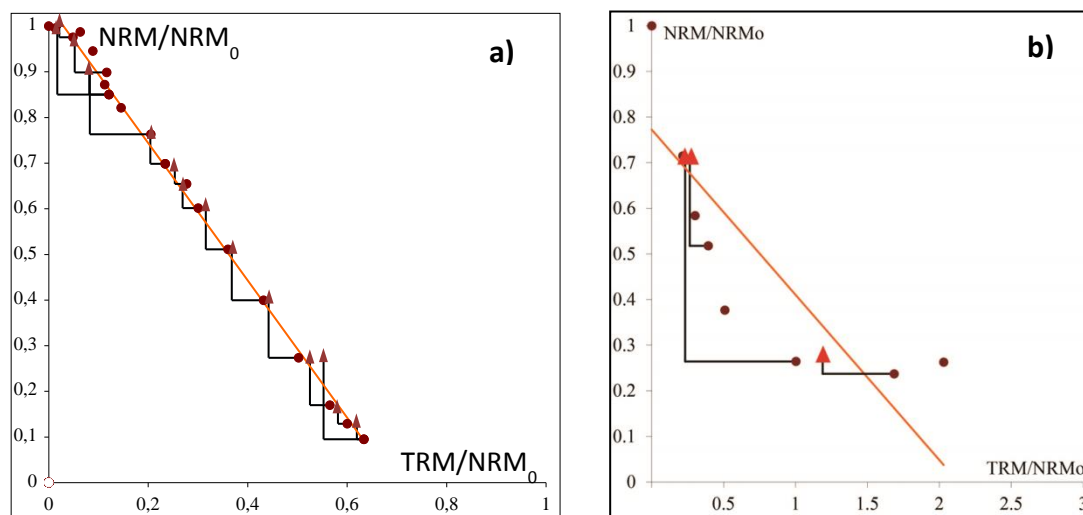


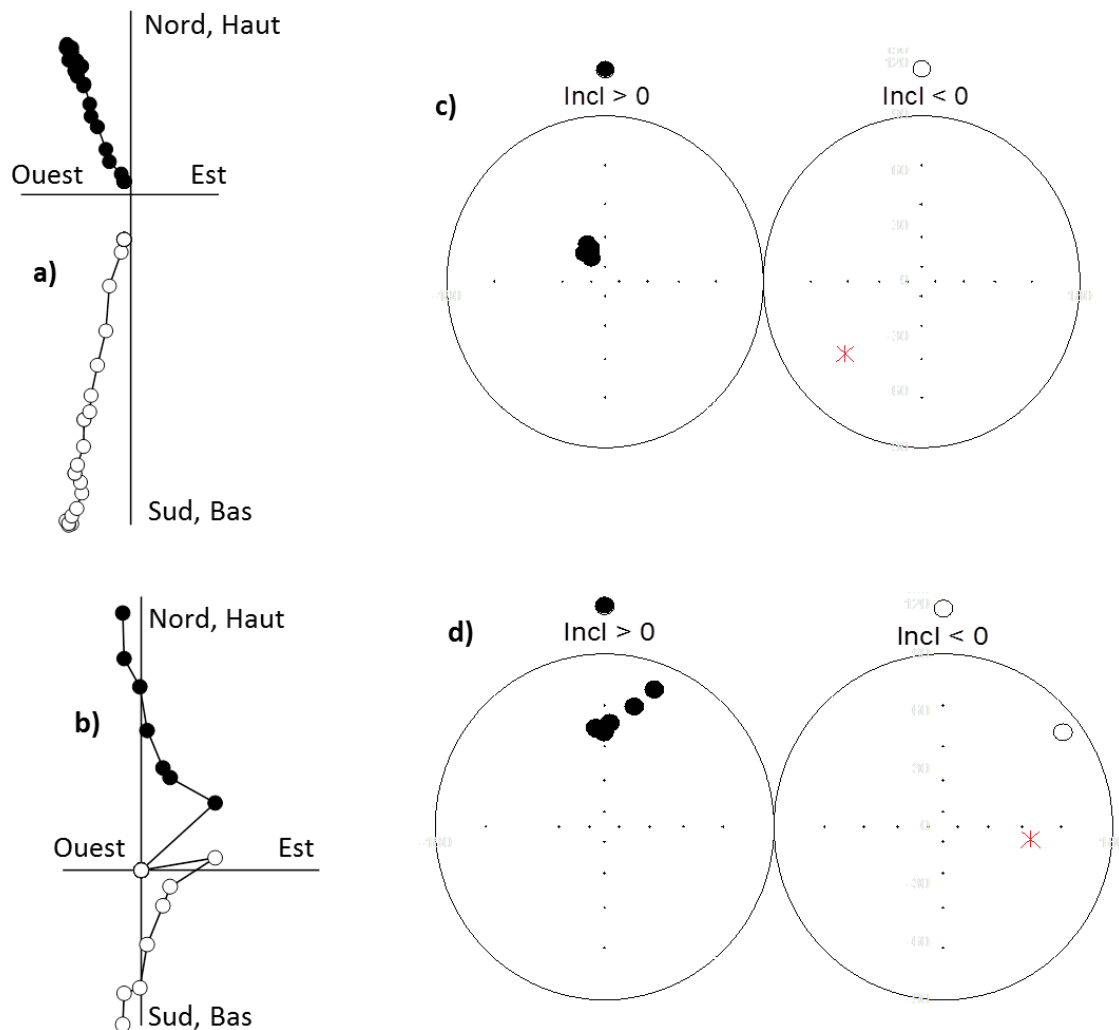
Figure III.29 : Diagrammes d'Arai. a) Cas d'un échantillon fiable (carotte LPR05-01). b) Cas d'un échantillon inexploitable (carotte RGC01-08).

### Diagramme de désaimantation et projection stéréographique :

La méthode de Thellier et Thellier permet de reconstruire l'évolution de la direction du paléovecteur. En effet, la NRM est identifiée en intensité et direction par la demi-somme des aimantations acquises en champ direct et inverse. Un diagramme en double projection peut donc être construit et comparé à celui obtenu par désaimantation thermique en champ nul.

Dans le cas où aucun changement minéralogique n'a lieu, le diagramme de désaimantation est une droite passant par l'origine (Figure III.30.a), très similaire à celle obtenue pour la désaimantation thermique, et les points présents sur le stéréogramme sont quant à eux quasiment superposés (Figure III.30.c). Dans le cas où une transformation minéralogique a lieu, les nouveaux porteurs d'aimantation se formeront avec un moment magnétique parallèle à la direction du champ imposé dans le four : le diagramme de désaimantation n'est alors plus une droite et peut ne plus passer par l'origine (Figure III.30.b). Le stéréogramme quant à lui présente des points qui se dirigent de plus en plus vers la direction du champ appliqué dans le four (croix rouge sur les stéréogrammes de la Figure III.30.c-d) à mesure que la température de chauffe augmente (Figure III.30.d). Le paramètre angulaire  $\theta$ , représentant la différence angulaire entre la direction de la NRM et celle du four, permet de repérer d'éventuelles transformations lors de la chauffe. Ce suivi permet

donc de repérer les échantillons subissant des transformations minéralogiques. Ceci constitue un des grands avantages de la méthode Thellier et Thellier, qui permet d'écarter les échantillons porteurs d'informations non fiables sur le CMT.



*Figure III.30 : a-c) Diagramme de désaimantation et stéréogramme pour un échantillon stable (LPR05-01E). b-d) Diagramme de désaimantation et stéréogramme pour un échantillon (RGC01-08I) subissant des transformations minéralogiques.*

Une fois l'expérience de Thellier et Thellier finalisée, la direction d'aimantation stable correspondant à l'intervalle de température dans lequel la paléointensité est définie est comparée à celle obtenue par désaimantation thermique. Une différence angulaire  $\alpha$  trop importante entre ces deux directions (voir critère de sélection ci-après) conduit au rejet de cet échantillon.



### III.B.4.c.2) Critères de sélection des résultats

De simples critères visuels, basés sur l'observation des graphiques présentés ci-dessus, ne suffisent pas à déterminer rigoureusement si les résultats obtenus par la méthode de Thellier et Thellier sont acceptables. Le premier ensemble de critères (f, g, q, voir ci-dessous) a été mis en place par *Coe et al. (1978)*. Ces critères ont été utilisés par différents auteurs, et complétés par le DRAT (*Selkin et Tauxe, 2000*).

Plus récemment, *Kissel et Laj (2004)* ont proposé l'utilisation du CDRAT (voir ci-dessous) et des limites quantitatives des autres paramètres plus strictes. Ceci constitue le set de critères PICRIT-03, utilisé dans cette thèse. Ces critères étant longuement détaillés par ces mêmes auteurs, ils ne seront que succinctement présentés dans la *Table III.5* ci-dessous.

*Table III.5 : Critères de PICRIT-03 (d'après Kissel et Laj, 2004) utilisés pour le traitement des données de paléointensité.*

Critères	Signification physique	Valeur limite
$\alpha$	Différence angulaire entre les paléodirections obtenue en désaimantation thermique et par Thellier et Thellier (diagrammes ancrés à l'origine)	$< 15^\circ$
MAD	Déviations angulaires maximum	$< 7^\circ$
Nombre de doubles chauffés		$\geq 4$
Nombre d'étapes de contrôle prises en compte		$\geq 3$
$\beta$	Ecart type des valeurs sur le diagramme d'Arai divisé par la valeur absolue de la pente du diagramme d'Arai	$\leq 0,1$
f	Fraction de la NRM prise en compte dans la détermination de paléointensité	$\geq 0,35$
q	Facteur de qualité	$\geq 0,2$
DRAT	Différence entre valeur de la pTRM de contrôle et la valeur pour la double chauffe, à une température donnée, et normalisée par	$\leq 7\%$

	la longueur de la droite	
CDRAT	Somme des DRAT	$\leq 10\%$
$\sigma_B/B$	Dispersion des valeurs de champ obtenues pour un site par rapport à la valeur moyenne du champ pour ce même site	$\leq 20\%$ (25% initialement dans PICRIT-03)

Les critères de PICRIT-03 ont été appliqués en raison de leur grande rigueur puisqu'ils sont parmi les plus stricts existants. En effet, parmi les 545 échantillons analysés *par Laj et Kissel (1999)*, 425 donnèrent des résultats en accord avec les critères utilisés à l'époque (similaires à ceux présentés par *Selkin et Tauxe (2000)*), soit un taux de succès de 78%. En ré-analysant ces même échantillons, auxquels se sont ajoutés 50 nouveaux, avec les critères de PICRIT-03, seuls 399 ont été retenus (*Kissel et Laj, 2004*), soit un taux de succès de 67%.

Lorsque l'ensemble des graphiques est exploitable et que les différents critères répondent favorablement aux exigences de PICRIT-03, la paléointensité est calculée à partir de la partie linéaire de la pente du diagramme d'Arai.

### **III.B.5) Pourquoi la méthode Thellier et Thellier pour mesurer une paléointensité ?**

Il existe des méthodes alternatives permettant d'obtenir la paléointensité d'un échantillon. Cependant, toutes ne fournissent pas des résultats d'égale qualité. Ces méthodes peuvent se classer en 4 catégories : méthodes à chauffe unique, méthodes à double chauffe successives, méthodes utilisant les micro-ondes et méthodes des multispecimens.

#### **Méthodes à chauffe unique**

Ces méthodes se basent sur la chauffe de la roche directement au-dessus de la température de Curie de l'échantillon suivi d'une mesure de la TRM obtenue. Il existe de nombreuses variantes pour cette méthode (e.g. *van Zijl et al., 1962 ; Shaw, 1974*). Cependant, comme le souligne *Prévot et al (1985)*, ces « méthodes en TRM totale sont beaucoup plus rapides que la méthode de Thellier mais sont en général moins fiables [*Coe et Grommé, 1973*] ». Il est vrai que ces méthodes ne permettent pas de suivre l'évolution de l'acquisition de la TRM et donc de déceler d'éventuelles altérations des porteurs de

l'aimantation. Elles ne permettent pas non plus de déceler la présence de grains MD, défavorables à un enregistrement fiable de l'intensité du CMT.

### **Méthodes à double chauffe successive**

Ces méthodes rassemblent les méthodes de *Thellier et Thellier (1959)* et leurs variantes. Les chauffes successives et les étapes de contrôle permettent de suivre l'évolution de l'acquisition de la TRM. Ceci permet de déceler d'éventuelles altérations lors des chauffes, et les grains pour lesquels  $T_B \neq T_{UB}$  tels que les grains MD. Il est donc possible de détecter la présence d'éventuels grains MD (grâce à la concavité du diagramme d'Arai), contrairement aux méthodes à chauffe unique.

La méthode de *Coe (1967)* est la principale variante de la méthode de Thellier et Thellier. Dans cette variante, la première chauffe se fait sous champ nul et permet de déterminer la NRM. La deuxième chauffe, à la même température et sous champ imposé, fournit la TRM par différence avec la première chauffe. Malheureusement, la NRM obtenue par chauffe sous champ nul ne permet pas la mise en évidence des éventuelles transformations chimiques lors de cette chauffe. Ainsi, le diagramme de désaimantation obtenu n'est plus utilisable pour détecter d'éventuelles altérations des porteurs de l'aimantation.

### **Méthode utilisant des micro-ondes**

Cette méthode diffère des précédentes en cela qu'aucun four n'est nécessaire. En effet classiquement, une chauffe via un four produit des phonons. Ces derniers génèrent des magnons qui agissent sur les moments magnétiques des porteurs de l'aimantation. La méthode par micro-ondes génère directement ces magnons. Après passage dans une enceinte à micro-ondes les échantillons sont mesurés avec un magnétomètre.

Cette méthode est détaillée dans *Dunlop (2011)*, *Walton (1991)* et *Walton et al. (1993)*. Il faut noter que l'utilisation de micro-ondes présente certains avantages tels que l'absence d'altération due aux chauffes ou la rapidité expérimentale. Toutefois, cette méthode a aussi ses limites parmi lesquelles l'impossibilité de mesurer la température dans l'enceinte à micro-ondes (elle est mesurée directement après), ou la difficulté, voire l'impossibilité d'aimanter certains échantillons (*Walton, 2004*).

Malgré ces limites, cette méthode récente est prometteuse. Ainsi, *Biggin (2010)* a analysé des échantillons jumeaux de roches ignées par méthode de Thellier et micro-ondes. Il a constaté que les diagrammes d'Arai étaient plus linéaires dans le cas de la méthode par micro-onde. De plus, *Suttie et al. (2010)* ont constaté que la méthode par micro-ondes (avec un faible apport thermique) peut être utilisée pour désaimanter des basaltes. Cette méthode semble donc constituer un substitut potentiel à la méthode de Thellier et Thellier. Certaines

restrictions sont encore très fortes notamment lorsque l'échantillon est inhomogène (e.g. phénocristaux magnétiques). De plus, la conversion de l'énergie apportée en température n'est pas triviale et est très difficile à reproduire, ce qui pose problème pour les étapes de contrôle.

### **Méthode des multispécimens**

Elle a été développée par *Hoffman et al. (1989)* et ne s'appuie plus sur l'additivité des pTRM mais sur la linéarité des pTRM avec le champ induit. Par conséquent elle peut s'appliquer à n'importe quel grain magnétique sans considération de taille : les MD sont donc utilisables. Cette méthode repose sur l'inhomogénéité chimique d'une coulée de lave entraînant des températures de blocage largement variables entre les moments magnétiques des nombreux porteurs d'aimantation de cette coulée.

Chaque échantillon de la même coulée subit un cycle comprenant 5 chauffes différentes à des températures  $T_0$ ,  $T_1$  et  $T_2$  (avec  $T_0 < T_1 < T_2$ ). A l'issue de ce cycle de mesures deux couples d'informations NRM/TRM sont obtenus pour les températures  $T_1$  et  $T_2$ . En reportant les 2 couples NRM/TRM de plusieurs échantillons d'un même site sur un unique diagramme d'Arai (normalisé par  $NRM_0$ ) et grâce à cette diversité de températures de blocage, une droite se dessine permettant d'accéder à la valeur de paléointensité. D'avantage de détails sur cette méthode sont disponibles dans *Hoffman et Biggin (2005)* et *Dekkers et Böhnell (2006)*.

Cette méthode présente de nombreux avantages : possibilité de traiter les MD, rapidité de mise en œuvre, possibilité de choisir  $T_2$  relativement basse réduisant ainsi le risque d'altération à haute température, et un nombre de chauffe réduit diminuant ainsi le risque d'altération au fil des chauffes. Toutefois le nombre limité d'étapes de chauffe réduit au minimum la possibilité d'effectuer des étapes de contrôles par couple NRM/TRM obtenu (seule une est possible), compliquant ainsi la détection d'éventuelles transformations chimiques pendant l'expérience.

A la lumière de ces informations, la méthode originale de Thellier et Thellier semble la plus puissante en raison des conditions de chauffe homogènes et facilement reproductibles qu'elle offre et de la possibilité détecter une éventuelle altération des échantillons au cours de l'expérience par des étapes de contrôle. C'est également celle qui est la plus acceptée à l'heure actuelle dans la communauté. Cette méthode a donc été choisie pour déterminer la paléointensité des laves étudiées dans cette thèse.



## **Chapitre IV : Résultats**

Ce chapitre regroupe l'ensemble des résultats géochronologiques et paléomagnétiques obtenus à partir des mesures effectuées sur les laves des îles Canaries et d'Ardèche.

### **IV.A) Résultats géochronologiques**

Les datations  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et K-Ar ont été effectuées sur la même fraction de mésostase triée.

Pour les analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , les âges plateau, les régressions le long des isochrones, et les erreurs associées sont calculés par Ar-Ar Calc, un programme développé par *Koppers (2002)*. Pour rappel, un plateau d'âge est composé d'un minimum de 3 étapes de chauffe consécutives, et comprend au minimum 60% de l' $^{39}\text{Ar}$  total dégazé. Le plateau doit avoir une pente négligeable à  $1\sigma$  d'incertitude analytique, et n'avoir aucun point aberrant ou âge non cohérent parmi les étapes sélectionnées. L'âge isochrone quant à lui inclut un nombre maximal de paliers consécutifs ayant une probabilité d'adhéquation supérieure ou égale à 0,1. Il est constitué d'au moins 3 étapes de chauffe successives contenant au moins 60% de l' $^{39}\text{Ar}$  dégazé, et pour lesquelles le rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  n'est statistiquement pas différent de 295,5.

L'ensemble des résultats  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus pour les îles Canaries et l'Ardèche sont synthétisés dans les Tables IV.3-4-5-13, où N représente le nombre de paliers de température retenus pour le calcul des âges plateau et des âges isochrones. Ces résultats sont également représentés sous formes graphiques (spectre d'âge et isochrones). Sur ces graphiques, les paliers non retenus dans le calcul d'âge sont grisés pour les spectres d'âges. Les ellipses à contours noirs des diagrammes isochrones correspondent à ces mêmes étapes non retenues. Le détail des analyses pour chaque site ainsi que leurs graphiques correspondants sont reportés dans les *Annexe 4 et 5*.

Les quelques graphiques présentés dans cette partie sont une sélection d'expériences choisies pour illustrer la diversité des cas rencontrés :

- échantillons d'âges jeunes : RGC07 ( $45 \pm 5$  ka), LPR03 ( $23 \pm 2$  ka), LPR04 ( $33 \pm 2$  ka), CHE12-15 ( $25 \pm 9$  ka).
- échantillons d'âges plus anciens : TT56 ( $178 \pm 6$  ka), RGC04 ( $153 \pm 4$  ka), BOR12-04 ( $206 \pm 13$  ka).

- échantillons dont les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et K-Ar sont cohérents : TT56, RGC04, RGC07, LPR03, LPR04, BOR12-04.
- échantillons dont les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et K-Ar ne sont pas cohérents : CHE12-15.
- échantillons pour lesquels 1 seule analyse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  a été effectuée : BOR12-04, LPR03, RGC07
- échantillons pour lesquels 2 analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ont été effectuées : CHE12-15, LPR04, RGC04, TT56.

#### **IV.A.1) Analyses géochronologiques des échantillons canariens**

##### **IV.A.1.a) Datations**

Concernant les Iles Canaries, 18 sites ont été retenus sur la base des datations K-Ar déjà publiées. Ainsi, seul l'échantillon RCG10, prélevé sur l'île de Grande Canarie, a fait l'objet d'une étude spécifique K-Ar dans le cadre de ce travail. Les 17 datations K-Ar déjà disponibles peuvent être retrouvées dans les travaux suivants :

- Pour les 2 sites étudiés à Tenerife dans *Carracedo et al. (2007)*.
- Pour sept des huit sites de la Palma dans *Guillou et al. (1998)*, le dernier site (LPR 09) étant la coulée historique de 1949.
- Pour sept des huit sites de Grande Canarie dans *Guillou et al. (2004b)*.

Les résultats de ces travaux antérieurs sont synthétisés dans la *Table IV.1*. L'ensemble des âges reportés dans cette table ont été obtenu au LSCE, par la méthode K-Ar sans traceur sur mésostase triée. C'est cette même méthode que nous avons appliqué pour l'échantillon RCG10 (*Table IV.2*).

*Table IV.1 : Ages K-Ar publiés pour les coulées échantillonnées aux îles Canaries.*

Nom Echantillon (Thèse/Etude initiale)	Age ( $\pm 2\sigma$ , ka)	Localisation	Référence
TT 56/TFC-571	$178 \pm 6$	Tenerife	Carracedo et al. (2007)
TT 57/TFC-569	$194 \pm 8$	Tenerife	Carracedo et al. (2007)
LPR 01/CV 151	$27 \pm 1$	La Palma	Guillou et al. (1998)
LPR 02/LP 25	$56 \pm 2$	La Palma	Guillou et al. (1998)
LPR 03/LP 16	$26 \pm 1$	La Palma	Guillou et al. (1998)
LPR 04/LP 14	$34 \pm 1$	La Palma	Guillou et al. (1998)
LPR 05/LP 13	$90 \pm 3$	La Palma	Guillou et al. (1998)
LPR 06/LP 12	$121 \pm 3$	La Palma	Guillou et al. (1998)
LPR 08/ LP 10	$123 \pm 3$	La Palma	Guillou et al. (1998)
RGC 01/ GCR-19	$276 \pm 6$	Grande Canarie	Guillou et al. (2004b)
RGC 02/GCR-14	$217 \pm 6$	Grande Canarie	Guillou et al. (2004b)
RGC 03/GCR-2	$85 \pm 6$	Grande Canarie	Guillou et al. (2004b)
RGC 04/GCA-03	$152 \pm 11$	Grande Canarie	Guillou et al. (2004b)
RGC 07/GCR-10	$49 \pm 3$	Grande Canarie	Guillou et al. (2004b)
RGC 08/ GCR-26	$152 \pm 4$	Grande Canarie	Guillou et al. (2004b)
RGC 09/GCR-27	$60 \pm 2$	Grande Canarie	Guillou et al. (2004b)

*Table IV.2 : Résultat de la datation K-Ar de l'échantillon RGC 10. Les constantes utilisées sont celles de Steiger et Jäger (1977). Les standards de calibration sont HD-B1 :  $24,21 \pm 0,32$  Ma (Hess et Lippolt, 1994) et LP-6 :  $127,8 \pm 0,7$  Ma (McDougall et Roksandic, 1974 ; Baksi, 1973).*

Echantillon	%K ( $\pm 1\sigma$ )	Masse fondue (g)	$^{40}\text{Ar}^*$ (%)	$^{40}\text{Ar}^*$ ( $10^{-14}$ mol.g $^{-1}$ ) ( $\pm 1\sigma$ )	$^{40}\text{Ar}^*$ ( $\pm 1\sigma$ ) Moyenne pondérée ( $10^{-14}$ mol.g $^{-1}$ )	Age ( $\pm 2\sigma$ , ka)
RGC 10	$0.481 \pm 0.005$	1.23693	1.053	$8.519 \pm 0.768$		
RGC 10	"....."	2.07688	0.605	$9.018 \pm 0.537$	$8.854 \pm 0.440$	<b><math>106 \pm 11</math></b>

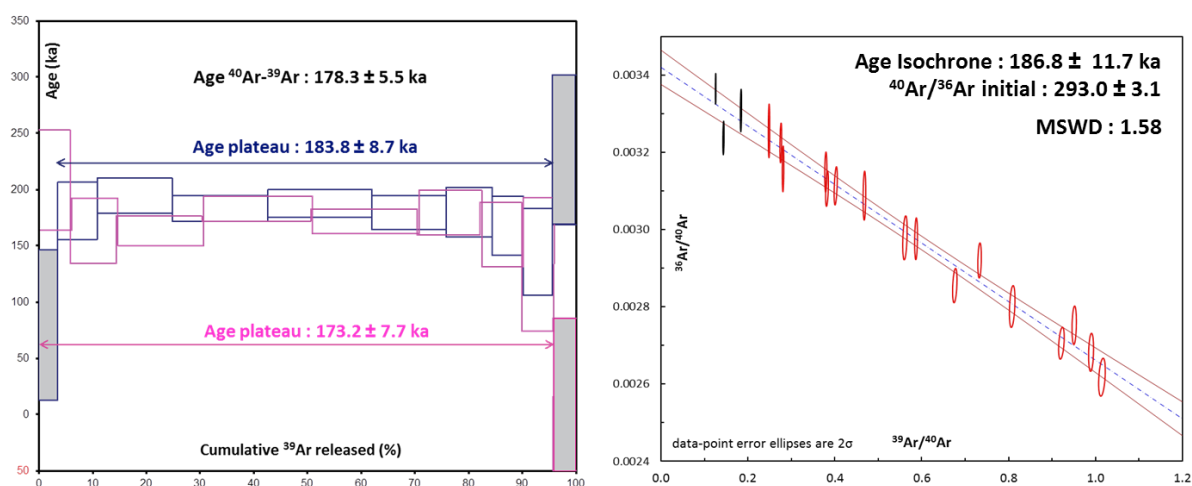


#### IV.A.1.b) Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour les échantillons canariens

Treize des 18 sites canariens ont été datés en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Les 5 sites non datés sont la coulée historique de 1949 (site LPR09), et les sites TT57, LPR01, RGC09 et RGC10 car les premiers résultats de paléointensité s'avéraient peu ou pas exploitables (diagrammes d'Arai en hyperbole ou points des doubles chauffés disposés de manière assez dispersée).

*Table IV.3 : Calculs des âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  des coulées échantillonnées à Tenerife.*

				Spectre d'âge				Analyse Isochrones			
Site Expérience N°	Masse fondue (mg)	K/Ca (total)	Age fusion totale (ka)	Paliés utilisés (°C)	<sup>39</sup> Ar (%)	Age ± 2σ (ka)	MSWD	N	MSWD	Intercepte <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar (±2σ)	Age ± 2σ (ka)
TT56/TFC-571											
FG-858 à FG-866	144	0.82	164.6 ± 7.7	594-1025	95.68	173.2 ± 7.7	1.66	8/9	1.81	294.0 ± 4.7	178.4 ± 17.7
FG-884 à FG-894	129	0.85	180.4 ± 8.9	654-1020	92.05	183.8 ± 8.7	1.36	8/10	0.95	292.2± 3.3	194.5 ± 13.6
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						178.3 ± 5.5	1.73	16/19	1.58	293.0 ± 3.1	186.8 ± 11.7
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						178.5 ± 8.2					186.5 ± 15.7



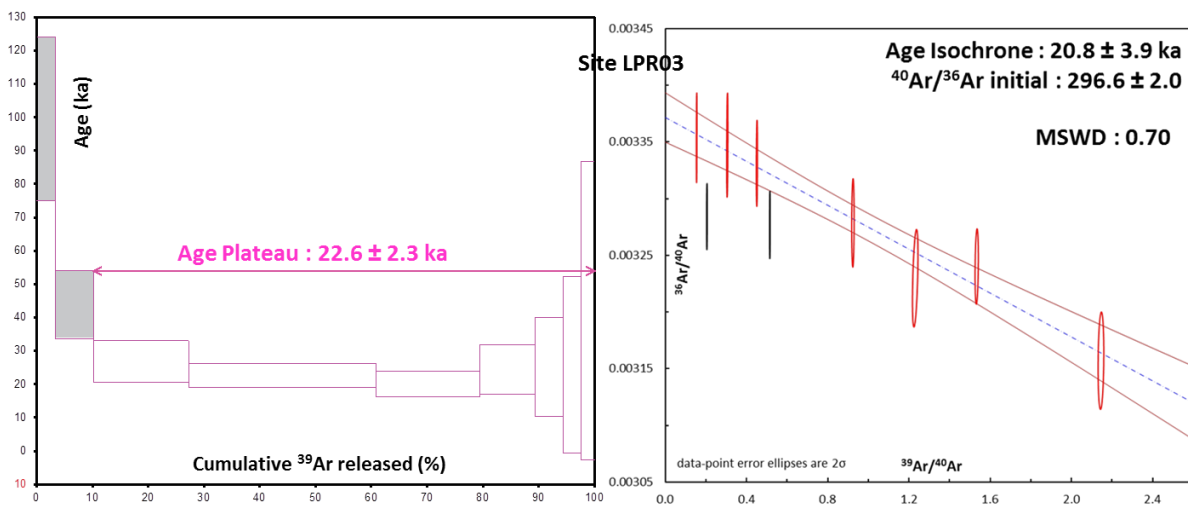
*Figure IV.1 : Spectre d'âge et analyse isochrone du site TT56 à Tenerife.*

Table IV.4 : Calculs des âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  des coulées échantillonnées à Grande Canarie.

					Spectre d'âge				Analyse Isochronones			
Site Expérience N°	Masse fondue (mg)	K/Ca (total)	Age fusion totale (ka)	Paliés utilisés (°C)	<sup>39</sup> Ar (%)	Age ± 2σ (ka)	MSWD	N	MSWD	Intercepte <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar (±2σ)	Age ± 2σ (ka)	
RGC 01 / GCR-19												
FG-867 à FG-875	129	0.63	141.9 ± 55.3	594-875	65.50	255.9 ± 44.9	0.33	6/8	0.25	294.6 ± 2.3	281.2 ± 76.1	
RGC 02 / GCR-14												
FG-783 à FG-791	154	0.38	224.9 ± 14.4	634-1196	100	225.9 ± 13.1	0.53	9/9	0.53	294.0 ± 4.0	237.8 ± 34.0	
FG-820 à FG-828	127	0.42	220.7 ± 13.7	638-1189	100	221.1 ± 14.4	1.47	9/9	1.68	296.1 ± 5.2	216.5 ± 44.6	
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite					222.5 ± 8.9				18/18	1.01	294.9 ± 2.8	227.8 ± 24.3
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone					223.5 ± 13.8				227.2 ± 39.3			
RGC 03 / GCR-2												
FG-848 à FG-857	132	0.46	78.8 ± 22.9	639-955	86.33	88.1 ± 22.2	0.10	7/9	0.11	295.2 ± 3.2	95.0 ± 77.7	
RGC 04/ GCA-03												
FG-757 à FG-764	114	1.57	156.5 ± 5.5	643-933	95.32	154.2 ± 6.4	1.35	6/8	1.69	295.0 ± 10.2	157.1 ± 57.5	
FG-839 à FG-847	115	1.56	151.9 ± 7.5	587-1111	100	151.2 ± 7.4	1.01	9/9	1.13	294.9 ± 3.9	154.8 ± 24.1	
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite					152.7 ± 4.1				15/17	1.10	294.8 ± 3.5	156.9 ± 21.1
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone					152.7 ± 6.9				156.0 ± 40.8			
RGC 07 / GCR-10												
FG-829 à FG-836	264	1.36	45.9 ± 7.2	636-1134	100	44.8 ± 5.1	0.15	9/9	0.12	296.0 ± 1.6	42.5 ± 9.1	
RGC 08 / GCR-26												
FG-792 à FG-801	121	1.25	151.1 ± 8.0	697-1133	96.71	153.3 ± 7.1	0.61	8/9	0.62	294.8 ± 2.0	158.9 ± 17.0	
FG-810 à FG-819	103	1.19	162.6 ± 9.4	634-1133	100	159.1 ± 7.6	0.72	9/9	0.79	296.2 ± 2.7	153.6 ± 22.2	
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite					156.1 ± 5.1				17/18	0.75	295.3 ± 1.6	157.5 ± 13.5
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone					156.2 ± 7.4				156.3 ± 19.6			

Table IV.5 : Calculs des âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  des coulées échantillonnées à la Palma.

				Spectre d'âge				Analyse Isochrone			
Site Expérience N°	Masse fondue (mg)	K/Ca (total)	Age fusion totale (ka)	Paliés utilisés (°C)	<sup>39</sup> Ar (%)	Age ± 2σ (ka)	MSWD	N	MSWD	Intercepte <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar (± 2σ)	Age ± 2σ (ka)
LPR 02/ LP 25											
FG-667 à FG-675	121	4.74	44.9 ± 4.5	643-1157	100	45.2 ± 4.3	0.93	9/9	0.97	294.3 ± 2.8	50.5 ± 12.8
FG-711 à FG-719	120	5.83	39.8 ± 5.8	636-1098	90.48	45.0 ± 5.0	0.65	8/9	0.67	294.6 ± 2.7	49.2 ± 12.3
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						45.1 ± 3.3	0.75	17/18	0.72	294.5 ± 1.9	49.8 ± 8.9
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						45.1 ± 4.7					49.9 ± 12.6
LPR 03/ LP 16											
FG-603 à FG-611	232	2.81	27.8 ± 2.7	725-1198	89.82	22.6 ± 2.3	0.79	7/9	0.70	296.6 ± 2.0	20.8 ± 3.9
LPR 04/ LP 14											
FG-738 à FG-746	96	3.02	34.5 ± 3.6	635-1188	100	33.7 ± 2.6	0.98	9/9	1.06	296.3 ± 2.5	32.2 ± 5.5
FG-748 à FG-756	122	3.94	33.7 ± 3.3	635-1187	100	33.1 ± 2.3	0.94	9/9	0.96	294.6 ± 2.1	31.3 ± 4.5
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						33.4 ± 1.7	0.91	18/18	0.89	296.4 ± 1.6	31.7 ± 3.4
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						33.4 ± 2.5					31.8 ± 5.0
LPR 05/ LP 13											
FG-774 à FG-782	118	1.35	55.7 ± 6.0	637-1074	96.23	56.2 ± 6.2	1.20	8/9	1.33	297.0 ± 5.0	51.2 ± 16.8
FG-802 à FG-809	124	1.29	62.1 ± 6.7	637-1171	100	60.3 ± 6.0	0.51	8/8	0.51	296.8 ± 3.6	56.1 ± 13.1
FG-964 à FG-972	281	1.47	50.7 ± 5.8	722-1127	96.43	51.7 ± 5.9	1.20	8/9	1.39	295.0 ± 4.6	53.4 ± 16.5
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						55.8 ± 3.4	1.09	24/26	1.12	296.0 ± 2.4	54.0 ± 8.4
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						56.1 ± 6.0					53.6 ± 15.5
LPR 06 / LP 12											
FG-568 à FG-576	131	0.49	116.8 ± 8.9	647-1196	100	118.9 ± 5.4	0.24	9/9	0.25	294.5 ± 4.6	120.7 ± 9.7
FG-594 à FG-602	117	0.38	118.0 ± 6.3	600-1228	100	118.0 ± 5.0	0.18	9/9	0.20	295.5 ± 2.8	118.0 ± 7.2
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						118.5 ± 3.7	0.20	18/18	0.21	295.2 ± 2.4	119.0 ± 5.7
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						118.5 ± 5.2					119.4 ± 8.5
LPR 08 / LP 10											
FG-612 à FG-620	125	0.66	113.5 ± 8.7	696-1098	87.04	122.9 ± 7.3	0.06	7/9	0.06	295.7 ± 2.9	121.6 ± 17.5
FG-658 à FG-666	118	0.75	120.1 ± 6.5	641-1080	97.23	123.6 ± 5.9	0.69	8/9	0.71	294.3 ± 3.2	130.0 ± 17.8
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						123.3 ± 5.9	0.34	15/18	0.36	295.1 ± 2.2	125.7 ± 13.1
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						123.3 ± 6.6					125.8 ± 17.7



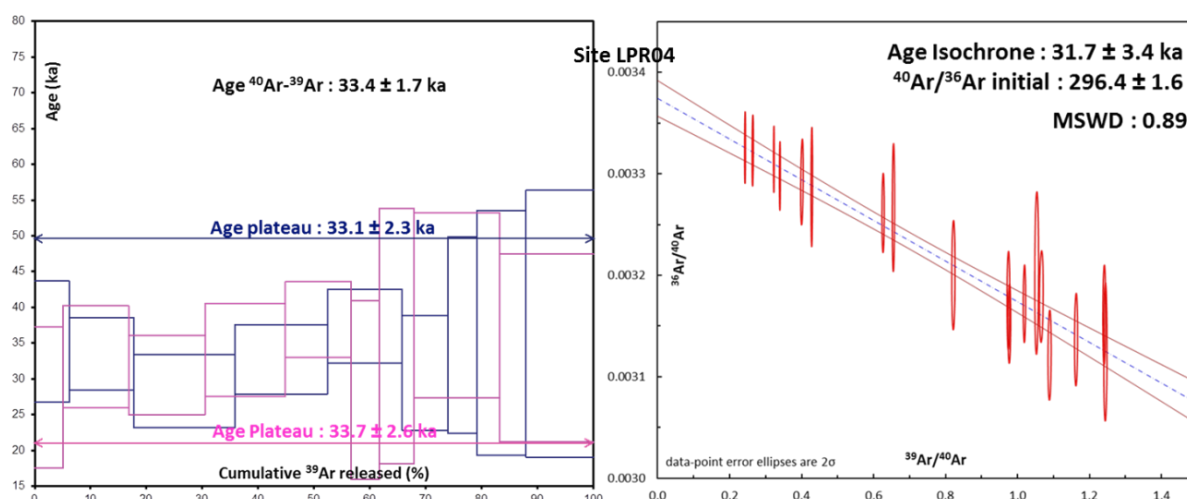


Figure IV.3 : Spectres d'âges et analyses isochrones de 2 sites de la Palma.

Sur les 13 âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus sur les laves des îles Canaries, 8 sont calculés à partir de 2 expériences indépendantes et 1 à partir de 3 expériences indépendantes de chauffe par paliers.

Pour les sites RGC01, RGC03, RGC07 et LPR03, l'âge est calculé à partir d'une unique expérience. Pour LPR03, deux aliquotes de mésostase d'environ 120 mg chacune ont été fondue ensemble lors de la même expérience. Multiplier la masse d'échantillon par deux a pour effet d'augmenter les signaux des isotopes d'argon à analyser et par conséquent d'améliorer en stabilité les conditions de mesures. Ceci est particulièrement efficace pour les échantillons à relativement faible teneur en argon radiogénique. Nous avons procédé de même pour l'échantillon RGC07.

La première expérience menée sur l'échantillon RGC01 a mis en évidence de faibles teneurs en  $^{40}\text{Ar}^*$ . Seuls 65% du gaz extrait de cet échantillon définissent le plateau d'âge (Table IV.4). Cela est relativement peu et est à relier aux difficultés de purification du gaz extrait lors des chauffés successives. Ainsi pour ne pas altérer les conditions de mesures liées à un gaz imparfaitement purifié, il a été décidé de ne pas dupliquer l'expérience.

L'échantillon RGC03 n'a été analysé qu'une seule fois pour des raisons de planning.

Sur un total de 23 expériences, 11 ont permis de calculer un âge plateau à partir de 100% du gaz extrait de l'échantillon. Pour les 11 autres, le calcul des âges plateau intègre entre 86% et 97% du gaz extrait. Ceci se traduit par des spectres d'âge peu ou pas perturbés donnant des âges plateau de bonne qualité pour tous les échantillons à l'exception de RGC01 comme évoqué précédemment.

De l'analyse des diagrammes isochrones il ressort que les échantillons ne présentent pas d'excès ou de déficit d'argon. Les valeurs d'interceptes à l'ordonnée ( $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ) coïncident à  $2\sigma$  avec la valeur du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  de l'atmosphère, soit 295,5. Les points

correspondant aux paliers successifs de températures sont en général très peu dispersés le long des isochrones. Ceci combiné à de faibles teneurs en  $^{40}\text{Ar}^*$  se traduit par des erreurs sur les âges isochrones comprises entre 6,3% (TT56 :  $186,0 \pm 11,7$  ka) et 81,8% (RGC03 :  $95,0 \pm 77,7$  ka). Les âges plateau sont cohérents à  $2\sigma$  avec les âges isochrones mais sont plus précis. Les erreurs sur les âges plateau sont comprises entre 2,7% (RGC04 :  $152,7 \pm 4,1$  ka) et 25,2% (RGC03 :  $88,1 \pm 22,2$  ka). En l'absence d'évidence d'excès d'argon pour l'ensemble des échantillons canariens, l'âge retenu sera l'âge plateau. L'âge final de ces échantillons correspond à la moyenne pondérée des étapes retenues sur les spectres d'âge (i.e. l'âge plateau lorsqu'une seule analyse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  a été effectuée pour un échantillon).

Les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus sont compris entre  $23 \pm 3$  et  $256 \pm 45$  ka. Parmi ces 13 échantillons datés, 2 d'entre eux montrent une différence au-delà de  $2\sigma$  entre les âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  (LPR02 et LPR05). L'origine de la différence entre âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  est détaillée dans la partie V.A.

#### **IV.A.1.c) Influence des standards et constantes utilisés sur les âges canariens**

Il est à rappeler que les datations obtenues par les méthodes K-Ar ou  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  sont calibrées par rapport à des standards d'âge et relatives à des constantes (rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique, constante de désintégration du  $^{40}\text{K}$ , rapport  $^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}}$ ). Les valeurs attribuées à ces standards et constantes sont encore aujourd'hui largement débattues à l'appui de différentes approches conceptuelles et expérimentales. Ainsi, plusieurs valeurs sont proposées dans la littérature pour le rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique, pour les constantes de désintégration, ainsi que pour les âges des moniteurs de flux d'irradiation. Il est important d'évaluer la variabilité de nos résultats d'expériences de datation en fonction des différentes valeurs de référence.

##### **IV.A.1.c.1) Influence de l'âge du standard utilisé**

L'âge des standards utilisés aussi bien pour la calibration des datations K-Ar que celle des datations  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  peut être déterminé sur la base d'analyses spectrométriques (calibration absolue ou primaire), mais d'autres approches méthodologiques sont également suivies telles qu'entre autre la calibration astronomique (*Renne et al., 1994*).

Les standards primaires sont des minéraux homogènes pour lesquels le nombre de moles de  $^{40}\text{K}$  et  $^{40}\text{Ar}^*$  a été mesuré expérimentalement. La quantité de  $^{40}\text{K}$ , présent sous forme solide, est obtenu par analyses de type ICP-AES. La quantité de  $^{40}\text{Ar}^*$  est plus délicate à mesurer. Les principes de la calibration primaire sont décrits en détails par *Lanphere et Dalrymple (2000)* et *McDougall et Wellman (2011)*. La calibration primaire en  $^{40}\text{Ar}^*$  comporte plusieurs étapes et nécessite l'utilisation d'une dose d'argon purifié issu de l'air. Les mesures conjointes et précises du volume, de la température et de la pression de cette

dose permettent, par utilisation de la loi des gaz parfaits, d'accéder au nombre de moles contenues dans la dose d'argon. Cette dose calibrée est ensuite placée dans un réservoir. Le réservoir possède une pipette permettant de prélever un volume précis de son contenant. Le système pipette + réservoir possède une constante de vidange  $\lambda$ . Une première dose de gaz est prélevée à la pipette, mélangée à un traceur d' $^{38}\text{Ar}$ , et analysée au spectromètre de masse afin de connaître la quantité initiale en  $^{38}\text{Ar}$  ( $D_0$ ). Connaissant la valeur de  $D_0$  et la constante de vidange  $\lambda$ , pour chaque dose  $X$  prélevée et mélangée à un traceur d' $^{38}\text{Ar}$ , la quantité d' $^{38}\text{Ar}$  sera  $D_X = D_0 e^{-\lambda X}$ . Le traceur d' $^{38}\text{Ar}$  ainsi calibré peut à son tour être utilisé pour calibrer l' $^{40}\text{Ar}^*$  issu de la fusion d'une masse donnée de standard primaire. *McDougall et Wellman (2011)* calibrent ainsi l'âge du standard primaire GA-1550 en utilisant l' $^{38}\text{Ar}$  comme traceur. Une fois la composition d'un standard primaire connu de manière juste et précise, d'autres minéraux peuvent être calibrés par rapport à celui-ci. On parlera alors de standards secondaires.

L'utilisation de standards secondaires s'est rapidement généralisée. Ces derniers sont pour l'essentiel des sanidines. Les feldspaths sont généralement préférés aux biotites, car moins sensibles à l'altération, plus homogènes en âge, et ne sont pas affectés par l'effet de recul lors des irradiations. De plus, la purification des gaz extraits de minéraux anhydres tels les feldspaths, est en règle générale plus aboutie que celle obtenue à partir des gaz issus de minéraux de type biotites. Il faut également souligner que l'approvisionnement en standards primaires peut être compliqué (*Renne et al., 1998*). Enfin, il est parfois difficile de trouver un standard primaire d'âge approprié, en particulier pour le Quaternaire (*Renne et al., 1998*). En effet, pour les analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  il est souhaitable que la gamme d'âge du standard soit similaire à celle de l'échantillon à dater (*Renne et al., 1997*) afin d'obtenir un rapport  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  semblable entre standard et l'échantillon. Ceci permet d'harmoniser la durée de l'irradiation à la fois pour l'échantillon et le standard.

Lors de leur calibration, les standards secondaires sont analysés comme des échantillons d'âges inconnus. Leur âge est calculé par rapport au(x) standard(s) primaire(s) d'âge connu. La répétition des mesures permet de déterminer un âge moyen précis pour le standard secondaire. *Jourdan et Renne (2007)* calibrent ainsi le standard secondaire qu'est la sanidine de Fish Canyon (FCs) à  $28,03 \pm 0,08$  Ma ( $1\sigma$ ) par rapport à 4 standards primaires : les biotites GA-1550 et GHC-305, et les hornblendes NL-25 et Hb3gr. Certains standards secondaires peuvent être calibrés grâce à un autre standard secondaire préalablement calibré avec un standard primaire. Sur la base de 225 analyses de sanidines d'Alder Creek, *Nomade et al. (2005)* déterminent ainsi une valeur de  $1,193 \pm 0,001$  Ma ( $2\sigma$ ) pour le standard ACs-2 en utilisant la valeur de *Renne et al. (1998)* du standard secondaire FCs ( $28.02 \pm 0.28$  ( $1\sigma$ )) comme standard de flux.

La calibration des standards d'âge peut également se faire en prenant comme référence la calibration astronomique (dont l'incertitude temporelle ne peut être inférieure à 5 ka d'après *Waelbroeck et al. (2008)*).

La rhyolite d'Alder Creek, roche porteuse de la sanidine ACs-2 étudiée par *Nomade et al. (2005)*, s'est mise en place lors de l'évènement géomagnétique du Cobb Mountain. Ceci est donc une contrainte supplémentaire sur l'âge d'ACs-2. En effet, ces mêmes auteurs utilisent 5 séries sédimentaires marines, datées par calibration astronomique et ayant enregistré l'évènement du Cobb Mountain. En particulier l'étude d'un enregistrement marin à fort taux de sédimentation (11,5 à 15,9 cm/ka) du Bassin Islandais (*Channell et al., 2002*), place le Cobb Mountain entre 1,215 et 1,190 Ma. Les âges du Cobb Mountain déterminés par l'étude de ces séries sédimentaires sont tous cohérents avec celui obtenu par analyse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , validant ainsi ce dernier.

Certaines séries sédimentaires peuvent contenir des niveaux de téphra datables par l'horloge K-Ar. Si la série sédimentaire étudiée est d'une résolution temporelle suffisante, il est possible de donner un âge « astronomique » précis à ces niveaux de retombées volcaniques. Ainsi, *Kuiper et al. (2004)* assignent une incertitude de 5 ka (soit 0,07% d'incertitude sur l'âge) au niveau A1 de téphra de la section Faneromeni (Crète), daté à 6,941 Ma (*Hilgen et al., 1997*). Les minéraux inclus dans ces téphras sont utilisables pour une calibration. Ils peuvent ainsi être datés par  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , puis la valeur d'âge du standard est ajustée pour faire coïncider âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et âges astronomiques. *Kuiper et al. (2008)* ont ainsi utilisé les sanidines de sept niveaux de téphra marin du Bassin de Melilla (Maroc) datés conjointement par calibration astronomique et par  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  pour établir à  $28,201 \pm 0,046$  Ma ( $2\sigma$ ) l'âge du standard FCs. Parfois, seul l'âge obtenu par calibration astronomique sert comme référence de calibration. *Rivera et al. (2011)* ont ainsi utilisé les sanidines prélevées dans le niveau de téphra A1 de la section Faneromeni, daté uniquement par calibration astronomique, pour recalibrer le standard FCs et proposer un âge de  $28,172 \pm 0,028$  Ma ( $2\sigma$ ). *Phillips et Matchan (2013)* ont étudié ce même niveau de téphra de Crète et obtenu un âge de  $28,01 \pm 0,04$  Ma ( $2\sigma$ ) pour le FCs et  $1,178 \pm 0,002$  Ma ( $2\sigma$ ) pour la Rhyolite d'Alder Creek.

Des méthodes de datation radiométrique autres que celle basées sur l'horloge K-Ar peuvent être utilisées pour la calibration des standards. Cette approche permet de contraindre 2 sources d'erreurs systématiques liées au chronomètre K-Ar : la justesse et la précision des standards utilisés, et l'incertitude sur la valeur de la constante de décroissance du  $^{40}\text{K}$  estimée à 2% (*Kwon et al., 2002*). Cette incertitude est une source d'erreur significative au vu de la précision analytique couramment atteignable par mesure  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , à savoir  $\pm 0,2\%$  (*Min et al., 2000*). Une méthode fréquemment utilisé est l'U/Pb sur zircon. Cette méthode permet à *Min et al. (2000)* d'obtenir des âges très précis en raison de la grande précision sur les constantes de désintégration des éléments  $^{238}\text{U}$  et  $^{235}\text{U}$ . Ces auteurs ont daté une même Rhyolite en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et U/Pb. En tenant comptes de l'erreur liée à l'incertitude sur leur constantes de désintégrations respectives, les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus varient entre  $1091,7 \pm 19,2$  Ma et  $1090,6 \pm 23,3$  Ma. Les mesures U/Pb fournissent un âge de  $1097,6 \pm 5,3$  Ma, et ont donc une incertitude beaucoup plus faible. En combinant analyses U/Pb et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , *Renne et al. (2010)* proposent un âge de  $28,305 \pm 0,036$  Ma ( $1\sigma$ ) pour le standard FCs. Cet âge est en accord avec celui le plus fréquemment utilisé pour ce standard

( $28,02 \pm 0,28$  Ma ( $1\sigma$ ), *Renne et al., 1998*) mais est plus précis. Plus rarement, le chronomètre Rb/Sr peut également être utilisé. *Williams et al. (1982)* obtiennent ainsi des âges de  $98,7 \pm 0,9$  Ma et  $98,9 \pm 0,9$  Ma ( $1\sigma$ ) pour le standard primaire GA-1550. Ces âges sont en accord (aux barres d'erreur près) avec les âges K-Ar et U/Pb disponibles pour ce standard (*Table IV.6*).

Compte tenu des différentes valeurs qui peuvent être adoptées, aussi bien pour les standards (*Table IV.6*) que pour les constantes, celles-ci doivent être clairement exprimées afin de permettre le recalcul de l'âge d'un échantillon par rapport à un jeu différent de valeurs de standards et/ou de constantes.

*Table IV.6 : Illustration des valeurs d'âge disponibles pour un standard : cas du standard primaire GA-1550.*

Référence	Méthode	Age (Ma)	Erreur, écart type sur moyenne (Ma)
McDougall et Wellman, 2011	K-Ar	98.50	0.30
Spell et McDougall, 2003	K-Ar	98.50	0.30
Renne et al., 1998	K-Ar	98.80	0.50
McDougall et Roksandic, 1974	K-Ar	97.90	0.50
Schoene et al., 2006	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	99.24	0.02
Schoene et al., 2006	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	99.12	0.01
Williams et al., 1982	Rb/Sr	98.70	0.90
Williams et al., 1982	Rb/Sr	98.90	0.90

Dans cette thèse, les standards utilisés sont ACs-2 pour les analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , et HD-B1 et LP-6 pour les analyses K-Ar (*Table IV.7*).

*Table IV.7 : Standards utilisés pour les analyses K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Les âges sont donnés à  $1\sigma$  pour HD-B1 et LP-6, et à  $2\sigma$  pour ACs-2.*

Standard	Age (Ma)	Référence
ACs-2	$1,193 \pm 0,001$	Nomade et al., 2005
HD-B1	$24,21 \pm 0,32$	Hess et Lippolt, 1994
LP-6	$127,8 \pm 0,7$	McDougall et Roksandic, 1974

ACs-2 a été choisi comme standard des expériences  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  car il fournit des analyses homogènes en âge (*Nomade et al., 2005*) et a un âge compatible avec la durée d'irradiation de nos échantillons. L'âge d'ACs-2 est calculé à partir de celui de FCs ( $28,02 \pm 0,28$  Ma, *Renne et al., 1998*), lui-même calibré par rapport au standard primaire GA-1550. LP-6 est un standard primaire. Bien que ce standard fournisse des résultats inhomogènes à



l'échelle du grain ou de quelques mg d'échantillon, le problème d'inhomogénéité disparaît lorsque la masse analysée dépasse les 15 mg (Guillou *et al.*, 2004b). Ce standard est donc parfaitement utilisable pour cette étude puisque les quantités fondues varient de 80 à 100 mg. LP-6 a également été calibré par rapport à GA-1550 (Spell et McDougall, 2003). HD-B1 n'est pas un standard primaire mais a été calibré par rapport à LP-6 (Charbit *et al.*, 1998) permettant ainsi leur utilisation simultanée comme standard pour étudier un échantillon d'âge inconnu.

Compte tenu des différents âges disponibles pour les standards que nous avons utilisés, il est important de vérifier la variabilité que cela peut induire sur nos résultats de datation. Pour cela, nous avons attribué à FCs (standard par rapport auquel est calibré ACs-2) les différentes valeurs publiées, et recalculé nos âges. Les valeurs utilisées pour FCs sont :  $28,172 \pm 0,028$  Ma (Rivera *et al.*, 2011),  $28,03 \pm 0,08$  Ma (Jourdan et Renne, 2007),  $28,305 \pm 0,036$  Ma (Renne *et al.*, 2010),  $28,201 \pm 0,046$  Ma (Kuiper *et al.*, 2008),  $28,01 \pm 0,04$  Ma (Phillips et Matchann, 2013), 27,93 Ma (Channell *et al.*, 2010). Les résultats sont présentés de manière synthétique dans la Table IV.8.

*Table IV.8 : Impact de la valeur prise par FCs sur les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus pour les sites des îles Canaries.*

Site	Age (ka) thèse obtenu avec FCs = 28.02 Ma (Renne <i>et al.</i> , 1998)	Age (ka) minimal obtenu avec FCs = 27.92 Ma (Channell <i>et al.</i> , 2010)	Age (ka) maximal obtenu avec FCs = 28.305 Ma (Renne <i>et al.</i> , 2010)	Ecart-Type (ka)
TT56	178,3	177,7	180,1	0,86
LPR02	45,1	44,9	45,6	0,22
LPR03	22,6	22,5	22,8	0,11
LPR04	33,4	33,3	33,7	0,16
LPR05	55,8	55,6	56,4	0,27
LPR06	118,5	118,1	119,7	0,57
LPR08	123,3	122,9	124,6	0,59
RGC01	255,9	255,1	258,5	1,22
RGC02	222,5	221,8	224,8	1,06
RGC03	88,1	87,8	89,0	0,42
RGC04	152,7	152,2	154,3	0,73
RGC07	44,8	44,7	45,3	0,21
RGC08	156,1	155,6	157,7	0,74
Age Acs-2 correspondant	1.193 Ma	1.189 Ma	1.205 Ma	

On constate une faible différence d'âge (environ 0,5 %) sur nos échantillons canariens selon la valeur retenue pour le standard FCs (Table IV.8). Ceci montre la faible dépendance des âges canariens par rapport à la valeur d'âge retenue pour le standard ACs-2.

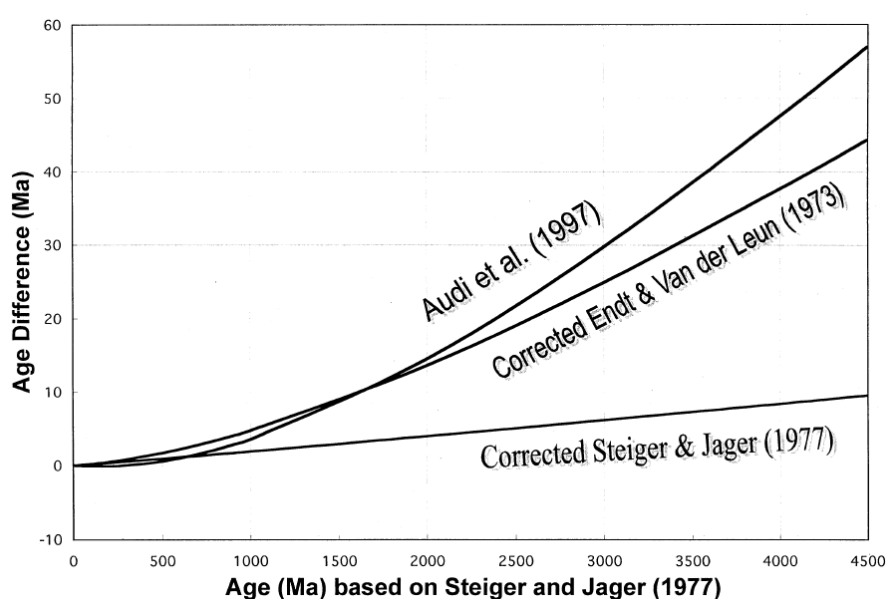
IV.A.1.c.2) Influence de la valeur des constantes utilisées : rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique, constante de décroissance du  $^{40}\text{K}$ , et abondance du  $^{40}\text{K}$

La valeur du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique la plus fréquemment utilisée, et également retenue pour cette étude, est 295,5. Cette valeur, publiée par *Steiger et Jäger (1977)* fait suite au travail de *Nier (1950)* dont les mesures ont établi un rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique égal à  $296,0 \pm 0,5$ . De récentes études ont entrepris de déterminer de nouveau ce rapport pour aboutir aux premiers ajustements de ce dernier depuis *Nier (1950)*. *Lee et al. (2006)* ont analysé 2 mélanges : 1 composé d'Ar pur (99,999%) provenant de l'air et de l' $^{36}\text{Ar}$  enrichi (>99,5%), l'autre composé d' $^{36}\text{Ar}$  enrichi (>99,5%) et d' $^{40}\text{Ar}$  pur (>99,95%). L'analyse spectrométrique aboutit à un rapport atmosphérique de  $298,56 \pm 0,31$ . *Valkiers et al. (2010)* ont étudié 1 mélange synthétique des isotopes  $^{36}\text{Ar}$ ,  $^{38}\text{Ar}$ , et  $^{40}\text{Ar}$ , dont les proportions donnent au mélange une composition en Ar proche de celle de l'air. De l'analyse spectrométrique de ce mélange, un rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique de  $298,709 \pm 0,096$  est obtenu. Ces 2 études fournissent des rapports  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphériques dont les valeurs sont indifférenciables dans la mesure de leurs barres d'incertitudes. Ces 2 nouvelles valeurs sont statistiquement différentes de celles obtenues par *Nier (1950)* et plus précises.

*Renne et al. (2009)* et *Mark et al. (2011)*, préconisent l'utilisation de la valeur  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique présentée par *Lee et al. (2006)*. Lorsqu'il s'agit de dater des roches anciennes, l'utilisation de la nouvelle valeur de *Lee et al. (2006)* ne change pas significativement les âges. *McDougall et Wellman (2011)* ont ainsi constaté que la quantité d' $^{40}\text{Ar}^*$  mesurée pour le standard GA-1550 est identique en utilisant la valeur du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique de *Steiger et Jäger (1977)* ou celle de *Lee et al. (2006)*. Néanmoins, la précision du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique est particulièrement importante lorsqu'il s'agit de dater des roches relativement jeunes et/ou pauvres en potassium (*Renne et al., 2009*), pour lesquelles la quantité d' $^{40}\text{Ar}^*$  est beaucoup plus petite que l' $^{40}\text{Ar}$  atmosphérique. Cette étude s'intéressant à des roches jeunes (en particulier pour les sites ardéchois), il semble important d'estimer en quelle mesure la valeur du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique influe sur l'âge de nos échantillons.

La valeur retenue pour la constante de désintégration du  $^{40}\text{K}$  peut également impacter l'âge d'un échantillon. Deux méthodes sont principalement utilisées pour déterminer la valeur de la constante de décroissance d'un isotope naturellement radioactif tel que le  $^{40}\text{K}$  : en mesurant la quantité d'isotopes parents et fils d'un matériau dont l'âge est bien connu, ou en comptant le nombre de désintégrations par unité de temps d'un matériau radioactif. La valeur couramment utilisée en géochronologie pour la constante de décroissance du  $^{40}\text{K}$  est  $5,543 \pm 0,010 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ . Cette valeur, proposée par *Steiger et Jäger (1977)* d'après une évaluation de *Beckinsale et Gale (1969)*, est celle utilisée dans le calcul de nos âges. Dans le domaine de la physique nucléaire, la valeur la plus couramment utilisée est celle d'*Audi et al. (1997)*, à savoir  $5,428 \pm 0,068 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ , soit une valeur très proche de

celle estimée par *Endt et Van der Leun (1973)*. *Min et al. (2000)* ont étudié l'influence de la valeur retenue pour la constante de désintégration sur la valeur d'âge calculée (*Figure IV.4*). Ces auteurs ont également analysé par les méthodes  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et U/Pb un même échantillon, la Rhyolite de Palisade datée à 1.1 Ga, afin de réévaluer la valeur de la constante de désintégration du  $^{40}\text{K}$ . En prenant en référence l'âge U/Pb de cette rhyolite, plus précisément contraint, cette constante a une valeur de  $5,37 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ . Plus récemment, des études établissent des valeurs identiques pour la constante de désintégration du  $^{40}\text{K}$  :  $5,554 \pm 0,009 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$  (*Grau Malonda et Grau Carles, 2002*) et  $5,554 \pm 0,013 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$  (*Kossert et Günther, 2004*) par comptage par scintillation liquide. *Renne et al. (2010)*, ont quant à eux obtenu une valeur de  $5,5545 \pm 0,0109 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$  à partir d'analyses K-Ar,  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , et U-Pb sur les sanidines de Fish Canyon.



*Figure IV.4 : Différences d'âge calculées en fonctions de différents jeux de constantes de décroissances du  $^{40}\text{K}$  (d'après Min et al., 2000).*

Dans le cas d'échantillons jeunes comme ceux de cette étude (i.e. 100-200 ka), les âges semblent peu impactés par les différentes valeurs existantes de la constante de désintégration du  $^{40}\text{K}$  (*Figure IV.4*).

La valeur du rapport  $^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}}$  utilisée ici est celle mesurée par *Garner et al. (1975)*, à savoir :  $1,1672 \pm 0,0041 \times 10^{-4}$ . Cette valeur a une incertitude de 0,35%, représentant ainsi une contribution significative à l'incertitude totale d'un âge obtenu par K-Ar. Récemment, *Naumenko et al. (2013)* ont entrepris d'affiner ce rapport en analysant un standard de référence NIST SRM 918b, constitué de KCl purifié à 999,  $27 \pm 0,14 \text{ mg/g}$ . La poudre de SRM 918b est dissoute dans l'eau de manière à obtenir des solutions dont la concentration est de 13, 26, 52 et 100 ng/ $\mu\text{L}$ . Ces solutions sont ensuite analysées au spectromètre de masse. Le

rapport  $^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}}$  obtenu est  $1,1168 \pm 0,0008 \cdot 10^{-4}$ . Cette valeur est cohérente avec elle obtenu par *Garner et al. (1975)*, mais est plus précise puisque l'incertitude de ce rapport est de 0,07%.

Afin d'estimer la dépendance des âges canariens par rapport aux valeurs prises par les différentes constantes utilisées, nous avons recalculé nos âges en utilisant un jeu de valeur différent pour ces constantes (*Table IV.9*). Les résultats sont présentés dans la *Table IV.10*.

*Table IV.9 : Jeux de constantes utilisées : N°1 : Pour les calculs d'âge de la thèse ; N°2 : Pour le recalcul de ces âges.*

Jeu de valeurs	$^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ atmosphérique	Constante de décroissance $^{40}\text{K}$	$^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}}$
<b>N°1 : Valeurs des constantes utilisées pour les calculs de la thèse</b>	295.5 <i>Steiger et Jäger (1977)</i>	$5.543 \pm 0.010 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ <i>Steiger et Jäger (1977)</i>	$1.1672 \pm 0.0041 \cdot 10^{-4}$ <i>Garner et al. (1975)</i>
<b>N°2 : Nouvelles valeurs des constantes pour un recalcul des âges</b>	$298.56 \pm 0.31$ <i>Lee et al. (2006)</i>	$5.5545 \pm 0.0109 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ <i>Renne et al. (2010)</i>	$1.1668 \pm 0.0008 \cdot 10^{-4}$ <i>Naumenko et al. (2013)</i>

*Table IV.10 : Impact de la valeur prise par les différentes constantes sur les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus pour les sites des îles Canaries.*

Site	Age (ka) Jeu de valeurs N°1	Age (ka) Jeu de valeurs N°2	Différence d'âge (ka)	Différence d'âge (%)
TT56	178.3	178.9	0.6	0.34
LPR02	45.1	45.3	0.2	0.44
LPR03	22.6	22.9	0.3	1.33
LPR04	33.4	33.6	0.2	0.60
LPR05	55.8	56.0	0.2	0.36
LPR06	118.5	118.8	0.3	0.25
LPR08	123.3	123.8	0.5	0.41
RGC01	255.9	258.7	2.8	1.09
RGC02	222.5	223.2	0.7	0.31
RGC03	88.1	88.6	0.5	0.57
RGC04	152.7	153.1	0.4	0.26
RGC07	44.8	45.1	0.3	0.67
RGC08	156.1	156.6	0.5	0.32

Les âges canariens varient peu en fonction des valeurs prises par les différentes constantes (*Table IV.10*). En effet, une différence d'âge maximale de 1,33% entre les âges obtenus par les 2 jeux de valeurs utilisés est observée pour le site LPR03 (le plus jeune des îles Canaries).

#### IV.A.1.d) Ages radiométriques retenus pour les échantillons canariens

Lorsqu'un seul type d'analyse a été effectué (K/Ar ou  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ) l'âge retenu est celui de cette analyse. Dans le cas où les analyses K-Ar ou  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  fournissent des résultats cohérents à  $2\sigma$ , l'âge retenu est l'âge couplé correspondant à la moyenne pondérée de l'âge K-Ar et de l'âge  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Dans le cas où les analyses K-Ar ou  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ne fournissent pas de résultats cohérents à  $2\sigma$ , l'âge  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  est préféré car cette analyse permet de vérifier certaines hypothèses de base du chronomètre K/Ar, conférant ainsi une plus grande robustesse à l'âge obtenu. Les âges retenus pour les laves canariennes sont présentés dans la Table IV.11.

Table IV.11 : Ages radiométriques des échantillons canariens.

Site	Age K-Ar (ka)	Age $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (ka)	Age couplé (ka)	Age retenu (ka)
<b>Tenerife</b>				
TT56	$178 \pm 6$	$178 \pm 6$	$178 \pm 4$	<b><math>178 \pm 4^{(a)}</math></b>
TT57	$194 \pm 8$	non mesuré	non	<b><math>194 \pm 8^{(b)}</math></b>
<b>La Palma</b>				
LPR01	$27 \pm 1$	non mesuré	non	<b><math>27 \pm 1^{(b)}</math></b>
LPR02	$56 \pm 2$	$45 \pm 3$	non	<b><math>45 \pm 3^{(c)}</math></b>
LPR03	$26 \pm 1$	$23 \pm 2$	$25 \pm 1$	<b><math>25 \pm 1^{(a)}</math></b>
LPR04	$34 \pm 1$	$33 \pm 2$	$34 \pm 1$	<b><math>34 \pm 1^{(a)}</math></b>
LPR05	$90 \pm 3$	$56 \pm 3$	non	<b><math>56 \pm 3^{(c)}</math></b>
LPR06	$121 \pm 3$	$119 \pm 4$	$120 \pm 2$	<b><math>120 \pm 2^{(a)}</math></b>
LPR08	$123 \pm 3$	$123 \pm 6$	$123 \pm 3$	<b><math>123 \pm 3^{(a)}</math></b>
<b>Grande Canarie</b>				
RGC01	$276 \pm 6$	$256 \pm 45$	$276 \pm 6$	<b><math>276 \pm 6^{(a)}</math></b>
RGC02	$217 \pm 6$	$223 \pm 9$	$219 \pm 5$	<b><math>219 \pm 5^{(a)}</math></b>
RGC03	$85 \pm 6$	$88 \pm 22$	$85 \pm 6$	<b><math>85 \pm 6^{(a)}</math></b>
RGC04	$152 \pm 11$	$153 \pm 4$	$153 \pm 4$	<b><math>153 \pm 4^{(a)}</math></b>
RGC07	$49 \pm 3$	$45 \pm 5$	$48 \pm 3$	<b><math>48 \pm 3^{(a)}</math></b>
RGC08	$152 \pm 4$	$156 \pm 5$	$154 \pm 3$	<b><math>154 \pm 3^{(a)}</math></b>
RGC09	$60 \pm 2$	non mesuré	non	<b><math>60 \pm 2^{(b)}</math></b>
RGC10	$106 \pm 11$	non mesuré	non	<b><math>106 \pm 11^{(b)}</math></b>
Légende : $^{(a)}$ : âge couplé $^{(b)}$ : âge K-Ar $^{(c)}$ : âge $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$				
Valeur standard ACS-2 : $1.193 \pm 0.001 \text{ Ma}$ ( $2\sigma$ ) (Nomade et al., 2005)				
Valeurs constantes : $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}_{\text{atm}} = 295.5$ (Steiger et Jäger, 1977)				
Décroissance $^{40}\text{K} = 5.543 \pm 0.010 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ (Steiger et Jäger, 1977)				
$^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}} = 1.1672 \pm 0.0041 \times 10^{-4}$ (Garner et al., 1975)				

## **IV.A.2) Analyses géochronologiques des échantillons ardéchois**

### **IV.A.2.a) Datations K-Ar**

Dix-neuf des vingt échantillons prélevés ont été préparés suivant le protocole décrit dans le Chapitre III pour être datés en K-Ar.

Les aliquotes de mésostase obtenues ont des densités comprises entre 2,83 - 2,86 pour la moins dense (CHA12-15A), et 2,98 - 3,11 pour la plus dense (BOR12-04). Les laves étudiées ici sont riches en nodules mantelliques ainsi qu'en enclaves de socle hercynien (granite et roches métamorphiques). Ces xénocristaux et xénolites sont de potentiels porteurs d' $^{40}\text{Ar}^*$  en excès, non produit par la décroissance in-situ du  $^{40}\text{K}$  de la mésostase, mais incorporé dans les échantillons par des processus que nous décrirons par la suite. Un examen détaillé des mésostases triées ainsi qu'une élimination par piquage de ces cristaux le cas échéant ont donc suivi les tris magnétiques et densitométriques afin de réduire, autant que faire se peut, cette potentielle source d'erreur sur les âges.

Les échantillons datés ont également fait l'objet d'une caractérisation géochimique. Les teneurs en éléments majeurs par ICP-OES et en traces par ICP-MS ainsi que la perte au feu ont été mesurées au SARM du CRPG (Nancy, France). Ces analyses sont reportées dans l'*Annexe 3*. L'altération est un paramètre important à évaluer, car son action peut remettre en mobilité le potassium comme l'argon. Ceci a pour effet de perturber le chronomètre K-Ar et d'entraîner des erreurs systématiques sur les âges. Le degré d'altération des échantillons datés a été évalué par examens macroscopiques et microscopiques. La perte au feu est un paramètre supplémentaire permettant de quantifier une éventuelle altération. La perte au feu est la perte de masse qui résulte de la chauffe d'un matériau. Elle correspond à la différence de masse d'un échantillon mesuré à température ambiante, puis mesuré après une heure de chauffe à 1050°C. Un basalte sera considéré comme « frais » (i.e. peu ou pas altéré) si sa perte au feu est inférieure à 1%. Sur les 19 échantillons analysés, 17 ont des pertes au feu inférieures à 0,5%. A ce titre, ils sont considérés comme non altérés. Par contre, l'échantillon CHE12-15B, dont la perte au feu est de 1,25% et présentant une mésostase trop altérée (traces d'oxydation et olivines iddingsitisées) n'a pas été retenu pour l'étude chronologique. Malgré une perte au feu de 1,43%, nous avons analysé l'échantillon MAR12-06, car sa semelle scoriacée était susceptible de délivrer des fragments de charbon pouvant être datés par le carbone 14.

L'échantillon PIC12-07 n'a été analysé qu'une seule fois, car le gaz extrait par fusion ne pouvait pas être purifié de façon satisfaisante avant les mesures spectrométriques.

Concernant les autres échantillons, deux mesures indépendantes de la composition isotopique en Argon ont été effectuées. Les concentrations en K des 19 échantillons ont été mesurées par absorption atomique au SARM du CRPG (Nancy, France). La valeur moyenne en K est calculée à partir de trois déterminations indépendantes des concentrations en K. La

précision de ces mesures est calculée sur la base d'analyses de standards internationaux et est de 1%. Le calcul d'âge est fait en utilisant la valeur moyenne en K et la moyenne pondérée des 2 déterminations indépendantes d'Argon radiogénique ( $^{40}\text{Ar}^*$ ). Les résultats des mesures sont reportés dans la *Table IV.12*.

*Table IV.12 : Calculs des âges K-Ar des coulées échantillonnées en Ardèche. Les constantes utilisées sont celles de Steiger et Jäger (1977). Les standards de calibration sont HD-B1 :  $24,21 \pm 0,32$  Ma (Hess et Lippolt, 1994) et LP-6 :  $127,8 \pm 0,7$  Ma (McDougall et Roksandic, 1974 ; Baksi, 1973).*

Echantillon Expérience N°	Masse (g)	K (%, $\pm 1\sigma$ )	$^{40}\text{Ar}^*$ (%)	$^{40}\text{Ar}^*$ ( $10^{-13}$ mol.g $^{-1}$ , $\pm 1\sigma$ )	$^{40}\text{Ar}^*$ ( $\pm 1\sigma$ ) Moyenne pondérée	Age ( $\pm 2\sigma$ , ka)
<b>BUR 12-01</b>						
8611	2.02244	$1.868 \pm 0.019$	4.492	$4.651 \pm 0.038$		
8627	1.99932	"....."	5.026	$4.375 \pm 0.033$	$4.497 \pm 0.025$	<b><math>139 \pm 3</math></b>
<b>BUR 12-02</b>						
8582	1.50875	$1.793 \pm 0.018$	3.602	$3.112 \pm 0.075$		
8597	2.51078	"....."	3.430	$3.105 \pm 0.033$		
8736	2.49746	"....."	3.383	$3.320 \pm 0.044$	$3.174 \pm 0.025$	<b><math>102 \pm 3</math></b>
<b>BOR 12-03</b>						
8603	1.52452	$1.619 \pm 0.017$	4.916	$6.859 \pm 0.058$		
8609	1.50816	"....."	7.774	$6.857 \pm 0.051$	$6.858 \pm 0.039$	<b><math>244 \pm 6</math></b>
<b>BOR 12-04</b>						
8536	1.05436	$1.544 \pm 0.015$	3.051	$5.877 \pm 0.091$		
8550	1.01181	"....."	3.976	$5.590 \pm 0.194$	$5.797 \pm 0.082$	<b><math>216 \pm 8</math></b>
<b>CHA 12-05</b>						
8568	1.53477	$1.137 \pm 0.011$	4.841	$4.689 \pm 0.041$		
8584	1.50013	"....."	5.691	$4.935 \pm 0.068$	$4.755 \pm 0.035$	<b><math>241 \pm 6</math></b>
<b>MAR 12-06</b>						
8541	1.03711	$0.872 \pm 0.009$	7.044	$3.342 \pm 0.137$		
8557	2.00455	"....."	3.270	$3.168 \pm 0.077$	$3.209 \pm 0.070$	<b><math>212 \pm 10</math></b>
<b>PIC 12-07</b>						
8535	0.96716	$1.436 \pm 0.014$	8.909	$7.590 \pm 0.095$		<b><math>305 \pm 10</math></b>
<b>PIC 12-08</b>						
8604	1.50348	$1.619 \pm 0.017$	8.704	$7.221 \pm 0.061$		
8626	2.01642	"....."	8.312	$7.536 \pm 0.044$	$7.289 \pm 0.036$	<b><math>265 \pm 6</math></b>
<b>AIZ 12-09</b>						
8559	1.08354	$1.229 \pm 0.012$	5.346	$3.008 \pm 0.098$		
8576	1.00833	"....."	1.951	$2.939 \pm 0.119$	$2.980 \pm 0.076$	<b><math>140 \pm 8</math></b>
<b>JAU 12-10</b>						
8556	2.04731	$1.511 \pm 0.015$	2.514	$2.940 \pm 0.057$		
8572	2.02519	"....."	4.530	$3.056 \pm 0.050$	$3.006 \pm 0.038$	<b><math>115 \pm 4</math></b>
<b>SOU 12-11</b>						
8580	2.51238	$1.403 \pm 0.014$	1.334	$1.499 \pm 0.037$		
8619	2.50095	"....."	1.394	$1.548 \pm 0.036$	$1.524 \pm 0.026$	<b><math>63 \pm 2</math></b>
<b>THU 12-12</b>						

8581	1.54303	1.552 ± 0.014	0.621	0.975 ± 0.064		
8596	1.5056	"....."	1.124	1.006 ± 0.048	0.995 ± 0.038	<b>37 ± 3</b>
<b>THU 12-13</b>						
8563	1.55313	1.536 ± 0.015	0.626	0.957 ± 0.043		
8595	1.50262	"....."	1.151	1.129 ± 0.055	1.023 ± 0.034	<b>38 ± 3</b>
<b>ROC 12-14</b>						
8592	1.00514	1.685 ± 0.017	4.306	5.855 ± 0.080		
8613	2.01707	"....."	4.108	5.500 ± 0.042	5.577 ± 0.056	<b>191 ± 5</b>
<b>CHE 12-15A</b>						
8617	1.01796	1.851 ± 0.019	3.941	6.541 ± 0.083		
8642	1.55673	"....."	4.107	6.326 ± 0.059	6.398 ± 0.048	<b>199 ± 5</b>
<b>PAL 12-16</b>						
8618	1.04007	1.984 ± 0.020	0.499	2.007 ± 0.087		
8643	1.03355	"....."	0.748	2.160 ± 0.063	2.107 ± 0.051	<b>61 ± 3</b>
<b>PAL 12-17</b>						
8534	1.01741	1.901 ± 0.019	0.996	1.780 ± 0.097		
8565	2.04007	"....."	1.961	2.021 ± 0.037	1.990 ± 0.035	<b>60 ± 2</b>
<b>VES 12-18</b>						
8542	1.02015	1.669 ± 0.017	1.221	1.359 ± 0.124		
8558	2.01265	"....."	1.086	1.272 ± 0.057	1.287 ± 0.052	<b>44 ± 4</b>
<b>CHAM 12-19</b>						
8567	1.51319	1.901 ± 0.019	1.560	1.344 ± 0.045		
8583	2.01061	"....."	2.392	1.565 ± 0.053	1.436 ± 0.034	<b>44 ± 2</b>

Sur le plan analytique, il est à noter que pour l'ensemble des échantillons, à l'exception de PIC12-07, non dupliqué, les déterminations d' $^{40}\text{Ar}^*$  sont cohérentes à  $2\sigma$ . L'erreur sur les déterminations individuelles de teneurs en  $^{40}\text{Ar}^*$  (en  $\text{mol.g}^{-1}$ ) est comprise entre 0,6% et 9% ( $1\sigma$ ). Il y a une corrélation forte entre l'erreur sur la détermination d' $^{40}\text{Ar}^*$  (en  $\text{mol.g}^{-1}$ ) et le pourcentage d'argon radiogénique contenu dans l'échantillon. Ceci est illustré par le graphe représenté en *Figure IV.5*. Cette corrélation peut être décrite par la fonction :

$$^{40}\text{Ar}^* (\%) = 0,1 / \text{Erreur (en \%)}$$



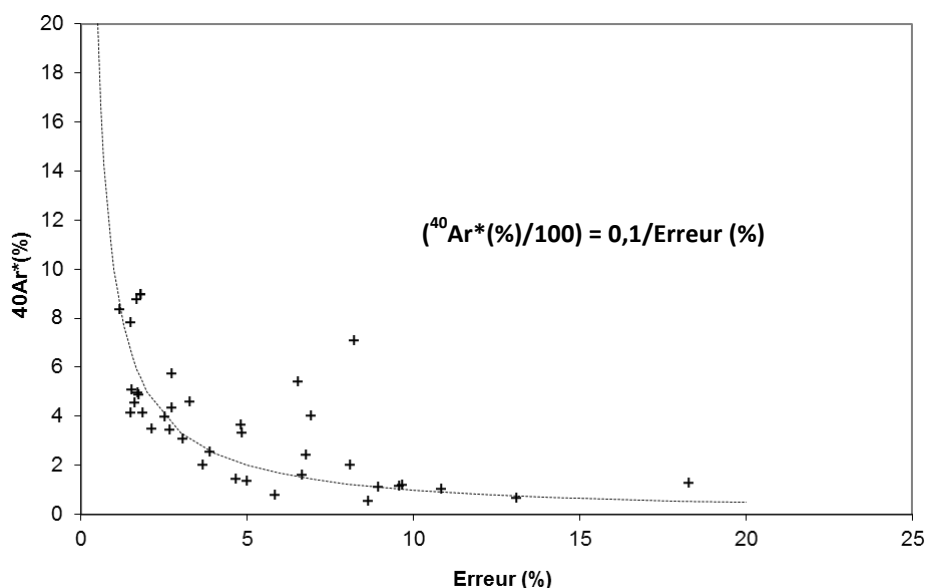


Figure IV.5 : Corrélation entre  $^{40}\text{Ar}^*$  et l'erreur à  $2\sigma$  pour les analyses K-Ar de l'Ardèche.

En combinant cette erreur à celle sur la détermination du potassium et à celle sur la calibration, on obtient l'erreur totale sur les âges radiométriques. Cette erreur est comprise entre 9,1% (VES12-18 :  $44 \pm 4$  ka) à 2,2 % (BUR12-01 :  $139 \pm 3$  ka) pour les sites ardéchois.

Des couples d'échantillons ont été prélevés au sein de ce qui semblait être une même coulée afin d'éprouver la robustesse des âges K-Ar. Ce sont respectivement la coulée de Burzet (BUR12-01 et BUR12-02), et celle de la Palisse (PAL12-16 et PAL12-17). En datant des couples d'échantillons issus de même coulée, notre but était d'établir si cette répartition en potentiels porteurs d'excès d'argon pouvait avoir un impact sur nos mesures de datation. Seul le couple issu des coulées de la Palisse (PAL12-16 et PAL12-17) donne des paires d'âges cohérents à  $2\sigma$ .

#### IV.A.2.b) Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

Parmi les 19 échantillons analysés en K-Ar, 13 ont été retenus pour l'étude  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . La sélection des échantillons à analyser a été effectuée sur la base des analyses K-Ar et des analyses préliminaires de paléomagnétisme sur la roche entière prélevée pour datation.

L'analyse K-Ar des sites CHA12-05 et MAR12-06 a ainsi mis en évidence des difficultés de purification des gaz extraits de la mésostase de ces échantillons dont la perte au feu est supérieure à 1% et donc signe d'altération. De tels échantillons sont à écarter de l'analyse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , car les gaz extraits peuvent altérer de façon très dommageable les blancs de ligne ainsi que les performances du spectromètre de masse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Des analyses préliminaires de minéralogie magnétique des sites BUR12-01 et THU12-13 ont révélés que ces derniers sont peu favorables à l'obtention d'une paléointensité. Ces sites n'ont donc pas été analysés en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .

Les sites PAL12-16 (analyses FG-1070 à FG-1076) et PAL12-17 (analyses FG-1028 à FG-1035) présentent des âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  identiques à  $2\sigma$  et des compositions en éléments majeurs (Annexe 3) équivalentes. Ces sites ont donc été associés à une même coulée PAL12-16-17 dont l'âge  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  est issu des analyses combinées des sites PAL12-16 et PAL12-17.

*Table IV.13 : Calculs des âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  des coulées échantillonnées en Ardèche.*

Site Expérience N°	Masse fondue (mg)	K/Ca (total)	Age fusion totale (ka)	Spectre d'âge				Analyse Isochrones			
				Paliés utilisés (°C)	$^{39}\text{Ar}$ (%)	Age $\pm 2\sigma$ (ka)	MSWD	N	MSWD	Intercepte $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ( $\pm 2\sigma$ )	Age $\pm 2\sigma$ (ka)
<b>BUR 12-02</b>											
FG-955 à FG-963	124	0.43	24.7 $\pm$ 14.0	708-1060	87.43	32.1 $\pm$ 11.1	0.20	7/9	0.24	295.7 $\pm$ 2.9	30.1 $\pm$ 27.3
FG-974 à FG-981	144	0.44	33.7 $\pm$ 13.6	650-1055	91.59	35.8 $\pm$ 11.2	0.21	7/8	0.22	295.9 $\pm$ 2.1	31.8 $\pm$ 22.1
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						<b>34.0 <math>\pm</math> 7.9</b>	0.21	14/17	0.21	295.8 $\pm$ 1.7	<b>30.7 <math>\pm</math> 16.9</b>
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						34.0 $\pm$ 11.2					31.0 $\pm$ 24.7
<b>BOR 12-03</b>											
N1311-01 à N1311-08	128	0.23	175.8 $\pm$ 22.8	633-1082	100.00	<b>176.1 <math>\pm</math> 19.9</b>	0.06	8/8	0.06	295.3 $\pm$ 3.8	<b>177.6 <math>\pm</math> 37.9</b>
<b>BOR 12-04</b>											
FG-936 à FG-945	144	0.16	183.6 $\pm$ 14.9	627-1045	93.42	<b>205.6 <math>\pm</math> 13.0</b>	0.54	8/10	0.62	294.8 $\pm$ 4.9	<b>210.2 <math>\pm</math> 35.5</b>
<b>PIC 12-08</b>											
FG-876 à FG-883	143	0.21	21.5 $\pm$ 12.2	715-1026	88.83	<b>31.0 <math>\pm</math> 10.9</b>	1.23	5/8	1.64	295.8 $\pm$ 9.8	<b>29.4 <math>\pm</math> 27.1</b>
<b>AIZ 12-09</b>											
FG-946 à FG-954	150	0.16	21.1 $\pm$ 12.9	701-1104	92.88	26.6 $\pm$ 11.0	0.40	8/9	0.46	295.3 $\pm$ 3.5	28.2 $\pm$ 20.6
FG-1037 à FG-1042	119	0.15	30.2 $\pm$ 19.0	713-960	95.00	34.2 $\pm$ 17.4	0.03	5/6	0.03	296.3 $\pm$ 9.8	29.9 $\pm$ 51.6
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						<b>28.3 <math>\pm</math> 9.3</b>	0.29	13/15	0.31	295.0 $\pm$ 3.2	<b>31.3 <math>\pm</math> 18.5</b>
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						30.4 $\pm$ 14.2					29.1 $\pm$ 36.1
<b>JAU 12-10</b>											
FG-1043 à FG-1049	124	0.19	9.7 $\pm$ 15.2	709-939	75.32	28.6 $\pm$ 16.7	0.09	5/7	0.12	296.5 $\pm$ 16.2	20.8 $\pm$ 60.5
FG-1090 à FG-1095	138	0.19	20.2 $\pm$ 12.1	653-940	93.88	26.6 $\pm$ 11.1	0.10	5/6	0.13	295.0 $\pm$ 8.1	30.2 $\pm$ 51.5
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						<b>27.2 <math>\pm</math> 9.3</b>	0.09	10/13	0.10	295.3 $\pm$ 7.2	<b>28.4 <math>\pm</math> 41.1</b>
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						27.6 $\pm$ 14.2					25.5 $\pm$ 56.0
<b>SOU 12-11</b>											
FG-982 à FG-988	123	0.22	16.8 $\pm$ 22.0	643-930	86.37	17.3 $\pm$ 22.7	0.36	6/7	0.03	298.6 $\pm$ 4.9	21.5 $\pm$ 57.9
FG-1064 à FG-1069	128	0.22	11.0 $\pm$ 13.6	707-938	86.69	14.1 $\pm$ 12.8	0.07	5/6	0.08	295.9 $\pm$ 6.5	10.4 $\pm$ 34.2
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						<b>14.9 <math>\pm</math> 11.2</b>	0.21	11/13	0.10	297.5 $\pm$ 3.5	
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						15.7 $\pm$ 17.8					16.0 $\pm$ 46.1
<b>ROC 12-14</b>											
FG-926 à FG-935	144	0.29	139.5 $\pm$ 28.2	687-957	78.62	<b>170.1 <math>\pm</math> 23.1</b>	0.04	6/9	0.05	295.7 $\pm$ 7.2	<b>166.4 <math>\pm</math> 169.5</b>
<b>CHE 12-15</b>											
FG-1050 à FG-1056	123	0.19	23.9 $\pm$ 14.3	650-957	93.14	25.1 $\pm$ 12.9	0.09	6/7	0.11	295.3 $\pm$ 5.2	27.5 $\pm$ 47.6
FG-1084 à FG-1089	122	0.19	23.7 $\pm$ 12.9	650-1011	100.00	24.5 $\pm$ 12.6	0.09	6/6	0.06	294.6 $\pm$ 4.0	34.7 $\pm$ 45.0
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						<b>24.8 <math>\pm</math> 9.0</b>	0.08	12/13	0.07	294.9 $\pm$ 3.1	<b>32.0 <math>\pm</math> 32.8</b>
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						24.8 $\pm$ 12.8					31.1 $\pm$ 46.3
<b>PAL 12-16-17</b>											
FG-1070 à FG-1076	121	0.25	38.3 $\pm$ 10.7	652-944	93.00	33.3 $\pm$ 10.1	0.31	6/7	0.35	297.1 $\pm$ 8.0	25.3 $\pm$ 29.4
FG-1028 à FG-1035	128	0.24	24.2 $\pm$ 12.8	656-965	83.98	33.7 $\pm$ 12.0	0.20	5/7	0.27	295.9 $\pm$ 8.6	31.7 $\pm$ 35.5
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						<b>33.3 <math>\pm</math> 7.7</b>	0.24	11/14	0.25	296.5 $\pm$ 5.8	<b>28.4 <math>\pm</math> 22.9</b>
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						33.5 $\pm$ 11.1					28.5 $\pm$ 32.5
<b>VES 12-18</b>											
FG-1057 à FG-1063	132	0.20	27.1 $\pm$ 8.3	650-1017	100.00	25.7 $\pm$ 7.7	0.34	7/7	0.18	297.3 $\pm$ 3.5	18.1 $\pm$ 14.9
FG-1077 à FG-1083	127	0.20	23.3 $\pm$ 8.9	660-946	95.52	27.0 $\pm$ 8.1	0.38	6/7	0.38	293.3 $\pm$ 7.0	36.0 $\pm$ 26.5
Moyenne pondérée de l'âge plateau et isochrone composite						<b>26.3 <math>\pm</math> 5.6</b>	0.33	13/14	0.32	296.6 $\pm$ 3.1	<b>21.9 <math>\pm</math> 11.9</b>
Moyenne arithmétique pour âges plateau et isochrone						26.4 $\pm$ 7.9					27.1 $\pm$ 20.7
<b>CHAM 12-19</b>											
FG-989 à FG-998	133	0.20	5.2 $\pm$ 10.6	750-1045	87.60	<b>18.5 <math>\pm</math> 9.5</b>	0.51	6/9	0.61	293.3 $\pm$ 13.4	<b>25.3 <math>\pm</math> 25.4</b>

N : Nombre de paliés retenus dans le calcul d'âge

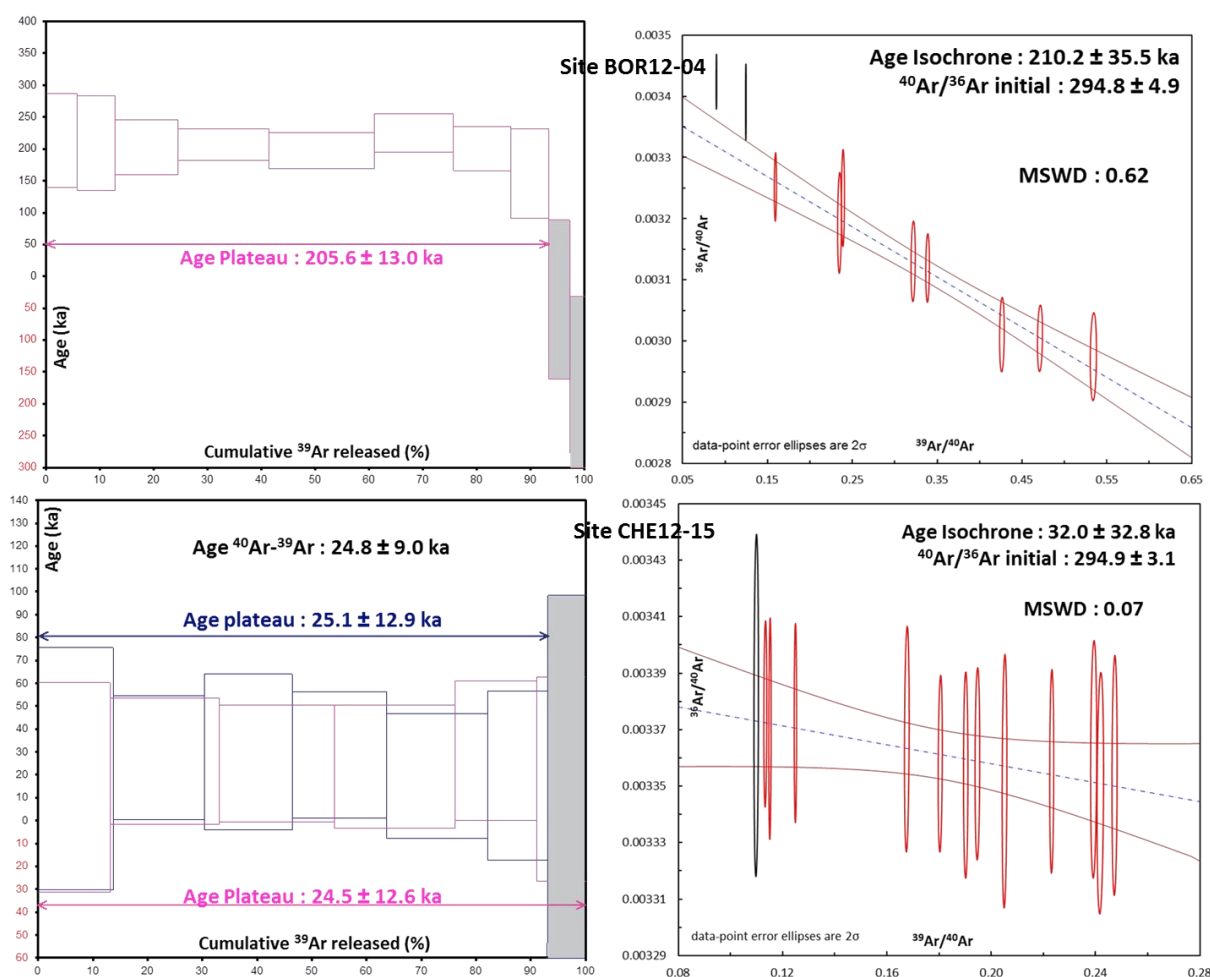


Figure IV.6 : Spectres d'âges et analyses isochrones de 2 sites ardéchois.

Sur un total de 19 expériences, 3 ont permis de calculer un âge plateau à partir de 100% du gaz extrait de l'échantillon. Pour les 16 autres, le calcul des âges plateau intègre entre 75% et 96% du gaz extrait, pour une valeur moyenne de 88%. Ces valeurs sont légèrement inférieures à celles obtenues pour les laves canariennes.

Les pourcentages d' $^{40}\text{Ar}^*$  mesurés pour les paliers individuels de températures sont en général très faibles. Ils sont inférieurs ou égaux à 1% pour les échantillons BUR12-02, JAU12-10, SOU12-11, CHE12-15. Ils sont compris entre 1% et 2% pour AIZ12-09, ROC12-14, PAL12-16, PAL12-17, VES12-18. Les pourcentages d' $^{40}\text{Ar}^*$  mesurés pour les échantillons PIC12-08 et CHAM12-19 varient de 3 à 5%. Seul BOR12-03 a des teneurs relativement élevées (de 7 à 10 %) en  $^{40}\text{Ar}^*$ .

L'analyse des diagrammes isochrones montre que, pour la majorité des expériences, les points expérimentaux sont très peu espacés sur les droites isochrones. Cela reflète l'homogénéité en composition isotopique des gaz extraits à chaque palier de température. Cette répartition est représentée par le facteur d'étirement (spreading factor, noté S), défini par Jourdan et al. (2009) :

$$S = 100 \times \left[ 1 - \frac{\sqrt{\left(\frac{{}^{39}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_i^2 + \left(\frac{{}^{36}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_i^2} - \sqrt{\left[\left(\frac{{}^{39}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_{\text{max}} - \left(\frac{{}^{39}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_{\text{min}}\right]^2 + \left[\left(\frac{{}^{36}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_{\text{max}} - \left(\frac{{}^{36}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_{\text{min}}\right]^2}}{\sqrt{\left(\frac{{}^{39}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_i^2 + \left(\frac{{}^{36}\text{Ar}}{{}^{40}\text{Ar}}\right)_i^2}} \right]$$

Avec : - i : valeur prise à l'intercept.

- Max : ratio maximal obtenu sur un échantillon lors d'une expérience de chauffe par paliers.

- Min : ratio minimal obtenu sur un échantillon lors d'une expérience de chauffe par paliers.

Pour nos échantillons, cette valeur S est inférieure à 2%, à l'exception des échantillons BOR12-03, BOR12-04 et CHAM12-19. Ces faibles valeurs d'étirement amoindrissent la précision sur la valeur interpolée à l'intercepte du rapport  ${}^{40}\text{Ar}/{}^{36}\text{Ar}$ . Même si pour l'ensemble des expériences de chauffe par paliers faites sur ces échantillons, les valeurs d'intercept  ${}^{40}\text{Ar}/{}^{36}\text{Ar}$  sont proches de 295,5 (valeur du rapport  ${}^{40}\text{Ar}/{}^{36}\text{Ar}$  atmosphérique), la présence d' ${}^{40}\text{Ar}^*$  en excès ne peut être complètement écartée compte tenu des incertitudes liées aux faibles valeurs de S. On constate également que les erreurs sur les âges isochrones sont parfois supérieures à l'âge lui-même (*Table IV.13*). Elles sont comprises entre 16,9% (BOR12-04 :  $210,2 \pm 35,5$  ka) et 144,7% (JAU12-10 :  $28,4 \pm 41,1$  ka). Pour les âges plateau ces erreurs sont comprises entre 6,3% (BOR12-04 :  $205,6 \pm 13,0$  ka) et 75,2% (SOU12-11 :  $14,9 \pm 11,2$  ka). Les âges isochrones et plateau coïncident à  $2\sigma$  pour l'ensemble des sites ardéchois. En première approximation, nous retiendrons l'âge plateau, plus précis, comme âge de mise en place des coulées ardéchoises.

#### **IV.A.2.c) Influence des standards et constantes utilisés sur les âges ardéchois**

Pour les mêmes raisons que celles évoquées en IV.A.1.c, nous avons examiné l'impact qu'ont les valeurs affectées aux standards et constantes utilisées pour le calcul d'âge  ${}^{40}\text{Ar}/{}^{39}\text{Ar}$ . Pour cela, nous avons procédé de la même manière que pour les échantillons des îles Canaries (IV.A.1.c pour plus de détails).

*Table IV.14 : Impact de la valeur prise par FCs sur les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus pour les sites d'Ardèche.*

Site	Age (ka) thèse obtenu avec FCs = 28.02 Ma (Renne et al., 1998)	Age (ka) minimal obtenu avec FCs = 27.92 Ma (Channell et al., 2010)	Age (ka) maximal obtenu avec FCs = 28.305 Ma (Renne et al., 2010)	Ecart-Type (ka)
BUR 12-02	34,0	33,89	34,35	0,16
BOR 12-03	176,1	175,53	177,91	0,84
BOR 12-04	205,6	204,93	207,71	0,98
PIC 12-08	31,0	30,90	31,32	0,15
AIZ 12-09	28,3	28,21	28,59	0,14
JAU 12-10	27,2	27,11	27,48	0,13
SOU 12-11	14,9	14,85	15,05	0,07
ROC 12-14	170,1	169,55	171,84	0,81
CHE 12-15	24,8	24,72	25,05	0,12
PAL12-16-17	33,3	33,19	33,64	0,16
VES 12-18	26,3	26,21	26,57	0,13
CHAM 12-19	18,5	18,44	18,69	0,09
Age Acs-2 correspondant	1.193 Ma	1.189 Ma	1.205 Ma	

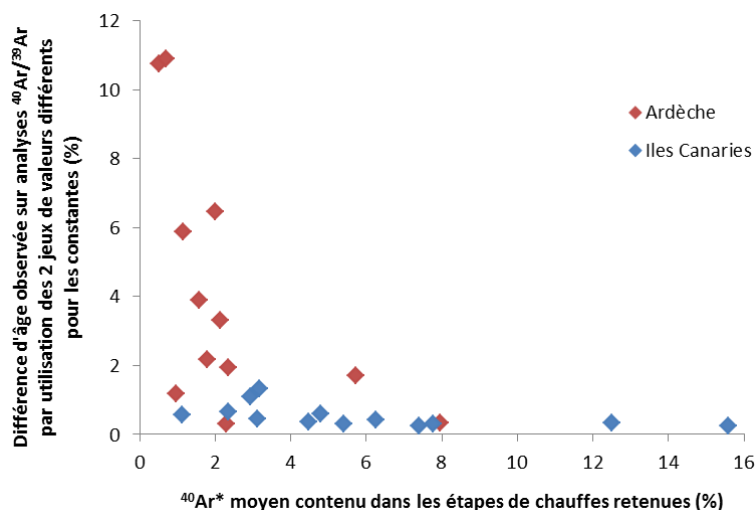
Comme pour les échantillons canariens, l'âge des échantillons ardéchois ne diffère que de très peu selon la valeur retenue pour le standard FCs (Table IV.14). Ceci montre la faible dépendance des âges ardéchois par rapport à la valeur d'âge retenue pour le standard Acs-2.

*Table IV.15 : Impact de la valeur prise par les différentes constantes sur les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus pour les sites d'Ardèche.*

Site	Age (ka) Jeu de valeurs N°1	Age (ka) Jeu de valeurs N°2	Différence d'âge (ka)	Différence d'âge (%)
BUR 12-02	34.0	34.4	0.4	1.18
BOR 12-03	176.1	179.1	3.0	1.70
BOR 12-04	205.6	206.3	0.7	0.34
PIC 12-08	31.0	31.6	0.6	1.94
AIZ 12-09	28.3	29.4	1.1	3.89
JAU 12-10	27.2	28.8	1.6	5.88
SOU 12-11	14.9	16.5	1.6	10.74
ROC 12-14	170.1	170.6	0.5	0.29
CHE 12-15	24.8	27.5	2.7	10.89
PAL12-16-17	33.3	34.4	1.1	3.30
VES 12-18	26.3	28.0	1.7	6.46
CHAM 12-19	18.5	18.9	0.4	2.16

Les sites ardéchois montrent une variation légèrement plus importante des âges en fonction du jeu de valeurs des constantes utilisé (*Table IV.15*) par rapport aux échantillons canariens (dont l'âge diffère au maximum de 1,33 %).

Pour les échantillons ardéchois, les variations constatées sont comprises entre 0,29 à 10,89 %. Les variations les plus importantes sont principalement obtenues pour des sites possédant un faible pourcentage d' $^{40}\text{Ar}^*$  moyen sur l'ensemble des étapes de chauffes retenues pour définir leurs âges plateau (*Figure IV.7*).



*Figure IV.7 : Evolution de la différence d'âge (%) des analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  par utilisation de 2 jeux de constantes différents en fonction de la quantité moyen d' $^{40}\text{Ar}^*$  contenue dans les étapes de chauffes retenues pour le calcul de ces mêmes âges.*

Les variations d'âge sont principalement liées à la nouvelle valeur du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique. En effet, en ne modifiant que les constantes de décroissance du  $^{40}\text{K}$  et du rapport  $^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}}$  pour les sites où de grandes différences d'âge sont observées, ces différences diminuent nettement. En effectuant ces calculs, les différences d'âge observées pour les sites SOU12-11 et CHE12-15 tombent ainsi respectivement à 0 et 1,6 % (au lieu de 10,74 % et 10,89 % en changeant également la valeur du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique). Ceci confirme les propos de *Renne et al. (2009)* sur l'impact que peut avoir la valeur du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  atmosphérique dans la datation de roches jeunes.

Dans le cadre de cette étude, des variations de plus de 6,5% par changement des valeurs des constantes ne concernent que 2 sites. De plus, pour chaque site les variations d'âge observées restent comprises dans les barres d'incertitudes de chaque âge.

#### IV.A.2.d) Ages radiométriques retenus pour les échantillons ardéchois

Sur les 13 échantillons datés conjointement par les méthodes K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , seuls 2 (BOR12-04 et ROC12-14) ont des âges cohérents à  $2\sigma$  entre ces 2 méthodes de datation. Cette différence sera examinée dans le Chapitre V. Pour les 11 autres échantillons, les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  sont beaucoup plus jeunes que ceux obtenus par K-Ar pour le même échantillon. Ces âges sont présentés dans la *Table IV.16* ci-dessous. Les âges que nous avons retenus pour les sites ardéchois sont les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  pour des raisons également discutées dans le Chapitre V.

*Table IV.16 : Ages radiométriques des sites ardéchois.*

Site	Age K-Ar (ka)	Age $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (ka)	Age couplé (ka)	Age retenu (ka)
<b>Ardèche</b>				
BUR12-01	$139 \pm 3$	non mesuré		
BUR12-02	$102 \pm 3$	$34 \pm 8$	non	<b><math>34 \pm 8</math></b>
BOR12-03	$244 \pm 6$	$176 \pm 20$	non	<b><math>176 \pm 20</math></b>
BOR12-04	$216 \pm 8$	$206 \pm 13$	$213 \pm 7$	<b><math>206 \pm 13</math></b>
CHA12-05	$241 \pm 6$	non mesuré		
MAR12-06	$212 \pm 10$	non mesuré		
PIC12-07	$305 \pm 10$	non mesuré		
PIC12-08	$265 \pm 6$	$31 \pm 11$	non	<b><math>31 \pm 11</math></b>
AIZ12-09	$140 \pm 8$	$28 \pm 9$	non	<b><math>28 \pm 9</math></b>
JAU12-10	$115 \pm 4$	$27 \pm 9$	non	<b><math>27 \pm 9</math></b>
SOU12-11	$63 \pm 2$	$15 \pm 11$	non	<b><math>15 \pm 11</math></b>
THU12-12	$37 \pm 3$	non mesuré		
THU12-13	$38 \pm 3$	non mesuré		
ROC12-14	$191 \pm 5$	$170 \pm 23$	$190 \pm 4$	<b><math>170 \pm 23</math></b>
CHE12-15A	$199 \pm 9$	$25 \pm 9$	non	<b><math>25 \pm 9</math></b>
PAL12-16	$61 \pm 3$	$33 \pm 10$	non	<b><math>33 \pm 10</math></b>
PAL12-17	$60 \pm 2$	$34 \pm 12$	non	<b><math>34 \pm 12</math></b>
VES12-18	$44 \pm 4$	$26 \pm 6$	non	<b><math>26 \pm 6</math></b>
CHAM12-19	$44 \pm 2$	$19 \pm 10$	non	<b><math>19 \pm 10</math></b>
Valeur standard ACs-2 : $1.193 \pm 0.001$ Ma ( $2\sigma$ ) (Nomade et al., 2005)				
Valeurs constantes : $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}_{\text{atm}} = 295.5$ (Steiger et Jäger, 1977)				
Décroissance $^{40}\text{K} = 5.543 \pm 0.010 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ (Steiger et Jäger, 1977)				
$^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}} = 1.1672 \pm 0.0041 \times 10^{-4}$ (Garner et al., 1975)				

## **IV.B) Résultats Paléomagnétiques**

Les résultats paléomagnétiques exposés ci-dessous sont obtenus à partir des protocoles d'analyses présentés dans le Chapitre III : analyses thermomagnétiques, cycles d'Hystérésis, désaimantations thermiques et expériences de Thellier et Thellier. Pour chaque chantier géographique, les éléments communs à tous les sites seront dans un premier temps détaillés. Dans un second temps les principaux résultats (minéralogie, direction, paléointensité) seront présentés site par site. Les résultats détaillés de chaque échantillon analysé seront placés en *Annexe 6 et 7*.

### **IV.B.1) Résultats paléomagnétiques des sites canariens**

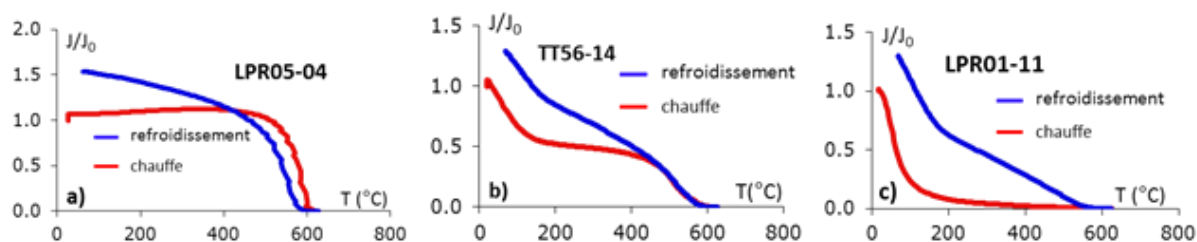
#### **IV.B.1.a) Courbes thermomagnétiques**

Une analyse thermomagnétique a été effectuée pour chaque carotte forée, soit 205 au total. Trois types de profils thermomagnétiques ont été observés :

- Les profils HT sont caractérisés par une perte d'aimantation faible voire presque inexistante entre 20°C et 500°C. L'aimantation diminue ensuite de façon assez rapide jusqu'à disparaître à environ 580-600°C (*Figure IV.8.a*). Ceci témoigne d'une minéralogie riche en magnétite et/ou titanomagnétite pauvre en titane très stable puisque les profils sont soit parfaitement réversibles lors du refroidissement, soit faiblement décalés vers des aimantations légèrement plus élevées qu'au départ.
- Les profils HT-BT (*Figure IV.8.b*) perdent une partie de leur aimantation (jusqu'à 90%) dès les basses températures (entre 20 et 200-250°C). Puis, après un intervalle de température (200-250°C jusqu'à 400-450°C) pendant lequel une très faible (voire aucune) diminution de l'aimantation est observée, celle-ci diminue et disparaît à environ 580°C. Ces profils illustrent vraisemblablement la présence de magnétites pauvres et riches en titane.
- Les profils BT perdant leur aimantation à basse température, c'est-à-dire vers 200°C (*Figure IV.8.c*) témoignent quant à eux d'une minéralogie caractéristique des titanomagnétites riches en titane.

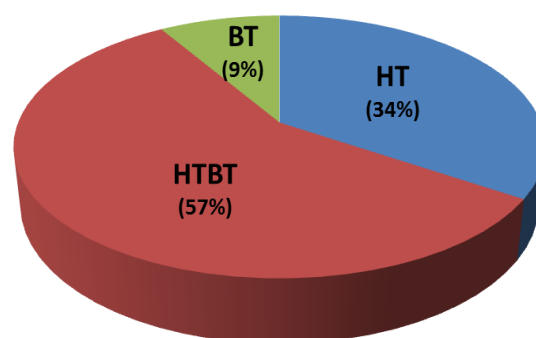
Classer ainsi les courbes thermomagnétiques permet par la suite de rassembler les carottes par profils similaires pour une désaimantation thermique.





*Figure IV.8 : Illustration des différents types de profils thermomagnétiques. a) Profil HT. b) Profil HT-BT. c) Profil BT.*

Pour les îles Canaries, les analyses thermomagnétiques fournissent des courbes majoritairement HT et HTBT (*Figure IV.9*). Sur les 18 coulées étudiées, 12 présentent des courbes thermomagnétiques homogènes parmi leurs échantillons. Pour les 6 autres sites, leurs analyses présentent quelques différences (HT + HTBT, ou HTBT + BT, ou HT + BT + HTBT, au sein d'un même site). Néanmoins aucun lien systématique n'a été trouvé entre la position des échantillons au sein des coulées et le type d'analyse thermomagnétique obtenu.



*Figure IV.9 : Répartition des 3 types d'analyses thermomagnétiques obtenues pour les îles Canaries.*

Pour certains profils BT, les courbes ne sont pas réversibles lors du refroidissement (*Figure IV.8.c*) mais le changement minéralogique a souvent lieu à haute température, lorsque la rémanence est déjà quasiment désaimantée (Chapitre III). C'est notamment le cas du site RGC07 (*Figure IV.10*) qui est, parmi tous les sites canariens étudiés, celui dont les analyses thermomagnétiques présentent le plus de transformations minéralogiques lors d'un cycle chauffe-refroidissement : les valeurs finales d'intensité peuvent être plus de 15 fois supérieures aux valeurs initiales. Lorsque ce type de situation a été rencontré, nous avons décidé de compléter l'analyse préliminaire de minéralogie en effectuant des analyses thermomagnétiques partielles. Pour le site RGC07, ces analyses montrent que les transformations commencent à être conséquentes à partir de 300°C (*Figure IV.10*), soit une fois que les échantillons de ce site ont perdu la plupart de leur aimantation initiale (90% environ).

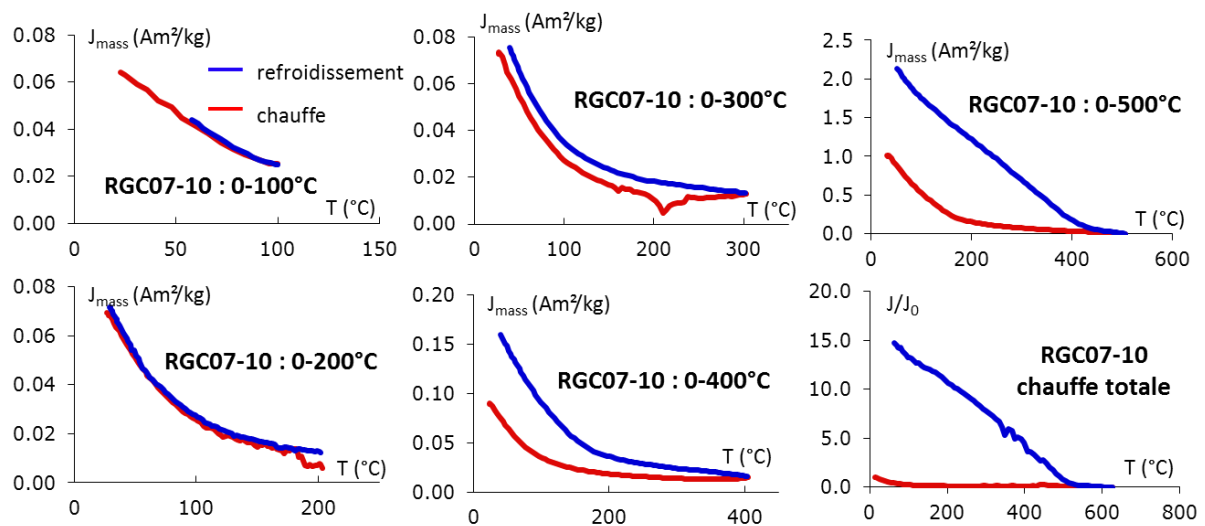


Figure IV.10 : Chauffage partiel de l'échantillon RGC07-10. La non-réversibilité des courbes commence à être importante au-delà de  $300^{\circ}\text{C}$ . En deçà de cette température, les porteurs d'aimantation sont donc peu affectés par la chauffe.

#### IV.B.1.b) Cycles d'Hystérésis

Pour les îles Canaries, 1 à 8 cycles d'Hystérésis magnétiques ont été effectués par site. Les paramètres mesurés par les cycles d'Hystérésis sont reportés sur le diagramme de Dunlop (2002) de la magnétite.

Le diagramme  $M_r/M_s$  en fonction de  $H_{cr}/H_c$  reflète la valeur moyenne de taille des grains présents dans l'échantillon via l'état des domaines magnétiques (Figure IV.11). Pour les échantillons canariens, les mesures effectuées placent la taille moyenne des grains présents dans les échantillons parmi les PSD (Figure IV.11.a). Quelques échantillons sont cependant proches des MD. Pour ces derniers, des analyses de type FORCs ont été effectuées en complément. Elles ont révélé un mélange de grain MD et PSD/SD (Figure IV.11.b-c). La présence de grains SD/PSD nous a encouragée à tenter des analyses de Thellier et Thellier pour ces échantillons.

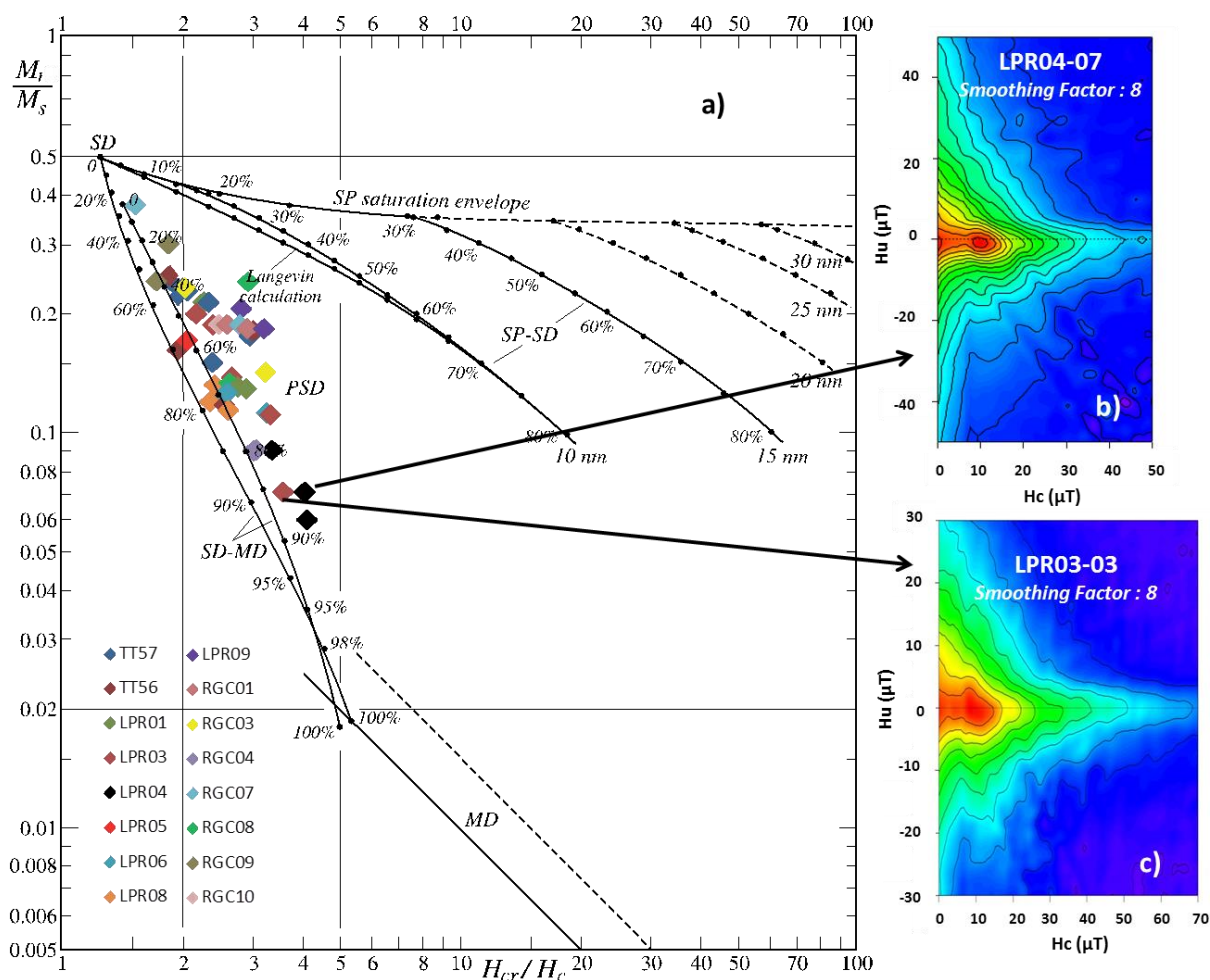


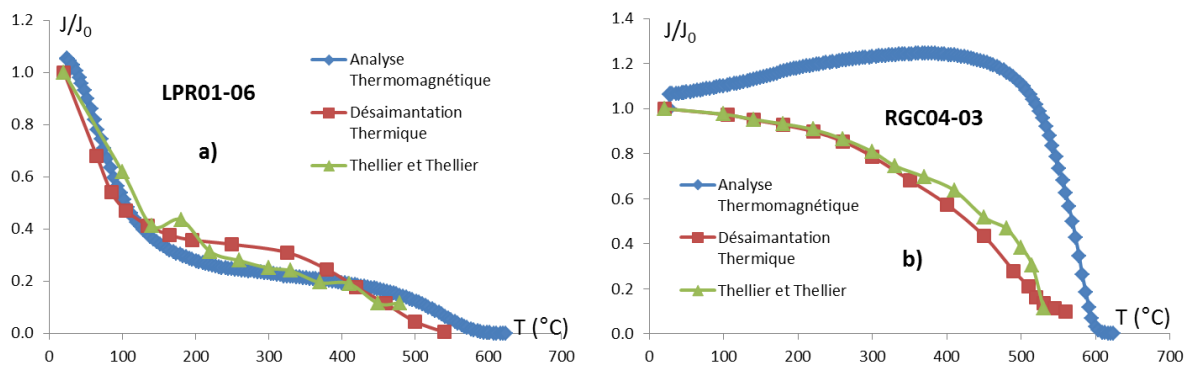
Figure IV.11 : a) Diagramme  $M_r/M_s$  en fonction de  $H_{cr}/H_c$  pour les échantillons des îles Canaries selon les critères de Dunlop (2002). b) Analyse de type FORC pour la carotte LPR04-07. c) Analyse de type FORC pour la carotte LPR03-03.

#### IV.B.1.c) Désaimantations thermiques

Une désaimantation thermique a été effectuée pour un échantillon de chaque carotte, lorsque la carotte justifiait d'une longueur suffisante (certaines trop courtes ont été conservées pour l'analyse de paléointensité). Au total, 196 échantillons ont été désaimantés. Le nombre d'étapes effectuées varie sensiblement d'un site à l'autre (selon la température de perte d'aimantation des échantillons), mais est dans l'ensemble compris entre 10 et 20.

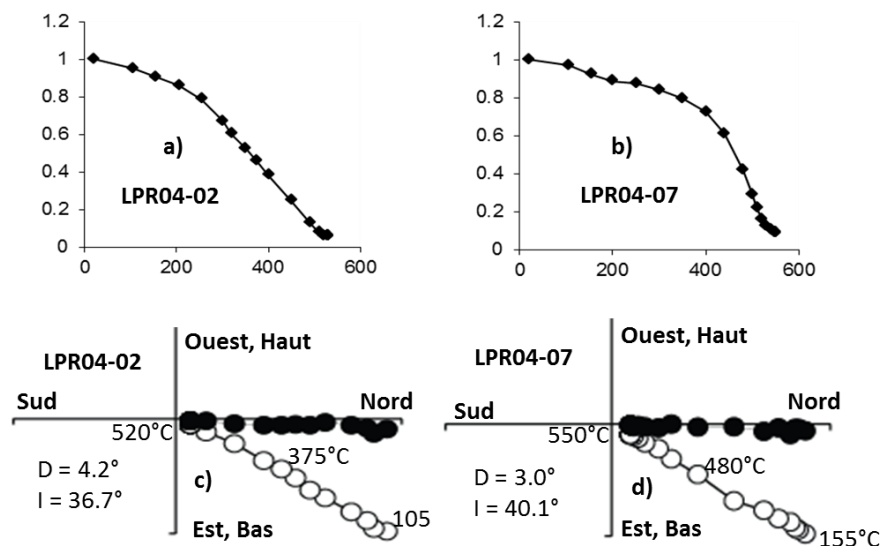
Les profils thermiques obtenus sont globalement cohérents avec ceux obtenus par analyse thermomagnétique et lors de l'analyse de Thellier et Thellier (Figure IV.12.a) dont les résultats seront décrits plus loin. Les différences concernent principalement les profils HT, pour lesquels la rémanence décroît progressivement jusqu'à 400°C et ensuite diminue rapidement jusqu'à désaimantation complète vers 550°C alors que les profils

thermomagnétiques, illustrant le comportement de l'aimantation induite, augmentent avant de diminuer. Les températures de désaimantation complètes sont cependant les mêmes (*Figure IV.12.b*).



*Figure IV.12 : Comparaison des profils thermiques obtenus par analyse thermomagnétique, désaimantation thermique, et Thellier et Thellier.*

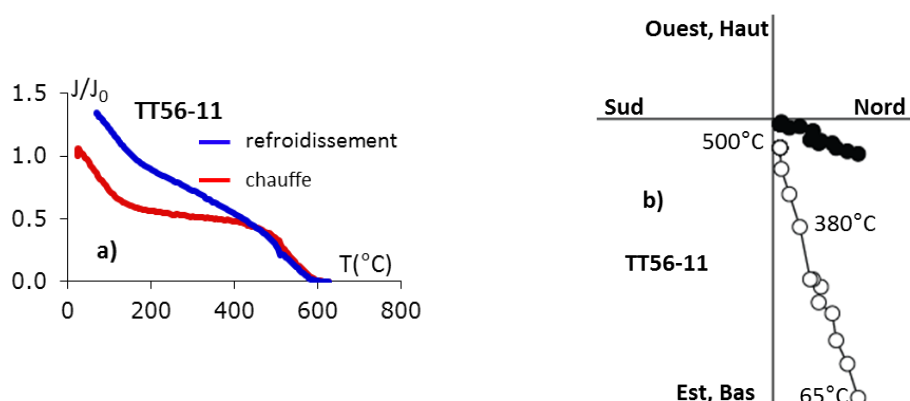
Lorsque des différences de profils thermiques existent au sein d'une coulée cela n'a aucune d'influence sur l'enregistrement de la direction d'aimantation des carottes. Ainsi, dans l'exemple illustré sur la *Figure IV.13* ci-dessous, bien que les carottes LPR04-02 et LPR04-07 présentent des profils thermiques différents, elles enregistrent bien la même direction.



*Figure IV.13 : Une différence de profils thermique entre 2 carottes d'un même site, ici LPR04, n'impacte pas l'enregistrement de la direction d'aimantation.*

Le profil thermique des balances HTBT incite à se demander s'il n'est pas le reflet d'une superposition de 2 composantes rémanentes. Les désaimantations thermiques

effectuées sur des carottes de ce type ont prouvé que ce n'était pas le cas puisqu'elles révèlent la présence d'une seule composante directionnelle, comme l'illustre la *Figure IV.14* ci-dessous.



*Figure IV.14 : Les carottes à profil HT-BT, ici TT56-11, n'ont enregistré qu'une seule composante (b) d'aimantation rémanente sur tout leur spectre pourtant de type HTBT (a).*

Les directions de chaque carotte sont obtenues avec une bonne précision puisque 93% (169 échantillons) des ChRMs déterminées (182) possèdent un  $\text{MAD} \leq 3^{\circ}$  et qu'une seule ChRM possède un  $\text{MAD} > 5^{\circ}$  ( $5,8^{\circ}$ ). Quelques aimantations visqueuses sont notables à basse température pour environ 30% des carottes. Néanmoins elles sont détruites entre 60 et  $180^{\circ}\text{C}$  (soit au bout d'1 à 4 étapes en général) et n'empêchent donc aucunement la détermination des paléodirections des carottes correspondantes. Des grands cercles, témoignant de plusieurs aimantations dont les spectres thermiques se superposent, ont été observés pour environ 9% des échantillons canariens (principalement les sites RGC02 et LPR02).

Le résultat directionnel à l'échelle d'un site, calculé par statistique de Fisher (Chapitre III) est présenté sous forme de stéréogramme indiquant la déclinaison, l'inclinaison, le  $\alpha_{95}$ ,  $k$  et le rapport  $n/N$  (nombre d'échantillons pour lesquels la direction de la ChRM a pu être déterminée de façon fiable/nombre total d'échantillons analysés). Sur ces stéréogrammes la croix bleue représente la direction d'aimantation moyenne du site, la croix rouge illustre la direction d'aimantation correspondant au GAD, et un contour rouge illustre la valeur du  $\alpha_{95}$ .

#### **IV.B.1.d) Paléointensité et classification qualitative des résultats**

Un échantillon a été analysé par carotte pour les prélèvements issus des îles Canaries, sous réserve que la carotte en question présente des caractéristiques favorables à une analyse de Thellier et Thellier lors des analyses préliminaires. Etant donné que les courbes thermomagnétiques montrent peu d'altération dans la gamme de température touchant la NRM et que les cycles d'hystérésis montrent une minéralogie

moyenne de type PSD, la sélection s'est principalement effectuée sur la base des résultats de désaimantation thermique. Notamment, lorsqu'une carotte présentait des grands cercles lors de la désaimantation thermique, aucune détermination de la paléointensité de la carotte n'a été entreprise puisque la superposition des spectres thermiques ne permet pas d'isoler la ChRM initiale acquise lors de la formation de la lave. Un total de 170 échantillons a ainsi été analysé pour les sites canariens.

Afin d'obtenir une estimation rapide et visuelle de la manière dont les échantillons répondent aux différents critères de sélection, un facteur de qualité  $Q_{ech}$  a été créé. Ce facteur de qualité, combiné au paramètre  $\sigma B/B$  (=Ecart Type des valeurs de champ du site/Valeur moyenne du champ du site) quantifiant la dispersion des valeurs au sein de chaque coulée, permet d'obtenir une évaluation rapide de la fiabilité globale du site. La valeur limite du paramètre  $\sigma B/B$  suggérée Kissel et Laj (2004) est de 25 %. Nous l'avons fixée à 20 %. L'évaluation du facteur de qualité  $Q_{ech}$  porte sur 6 paramètres correspondant aux critères PICRIT-03 : Drat, CDrat, f,  $\alpha$ , nombre de double chauffe gardées, et nombre de pTRM gardées. En fonction des valeurs atteintes par ces différents paramètres, une valeur leur est attribuée, comme l'illustre le *Table IV.17*. Le facteur q, faisant également partie de PICRIT-03, est dans notre cas supérieur à 0,2 pour l'ensemble de tous les échantillons des îles Canaries. Il répond ainsi toujours aux exigences de PICRIT-03 et n'a pour cette raison pas été utilisé dans le calcul de  $Q_{ech}$ .

*Table IV.17 : Correspondances critères-valeurs permettant de calculer  $Q_{ech}$ .*

Critère	Drat			CDrat			f			$\alpha$		
Valeur Critère	> 7	3 à 7	< 3	> 10	5 à 10	< 5	< 0,35	0,35 à 0,65	> 0,65	> 15	15 à 5	< 5
Valeur $Q_{ech}$ associée	0	1	2	0	1	2	0	1	2	0	1	2

Critère	Nombre pTRM gardées			Nombre chauffe gardées		
Valeur Critère	< 3	3 à 5	> 5	< 4	4 à 8	> 8
Valeur $Q_{ech}$ associée	0	1	2	0	1	2

Dans le cas où l'échantillon analysé n'est pas interprétable ou présente un profil hyperbolique sur le diagramme d'Arai,  $Q_{ech}$  prend une valeur nulle. Lorsqu'un échantillon a une valeur nulle pour un des critères présentés dans la *Table IV.17* ci-dessus, indiquant un non-respect des critères de PICRIT-03, alors  $Q_{ech}$  est égal à 1. Si l'échantillon analysé ne possède aucune valeur nulle parmi les valeurs attribuées aux différents critères, alors  $Q_{ech}$  correspond à la somme de ces valeurs. Pour les échantillons retenus,  $Q_{ech}$  varie ainsi de 6 (plus rarement 4 ou 5 quand le  $\alpha$  ne peut être calculé) à 12 pour un échantillon accepté, la valeur maximale indiquant une réponse quasi idéale de l'échantillon par rapport aux exigences des différents paramètres.

50% des échantillons étudiés ont fourni une valeur de paléointensité retenue comme fiable. Au sein d'un même site, chaque valeur de paléointensité provient d'une carotte différente.

Il est intéressant de noter que lorsque l'intervalle de température sur laquelle est définie l'intensité d'aimantation n'est pas le même pour tous les échantillons d'un même site, ceci n'influence ni la qualité ni la valeur du résultat obtenu. Ainsi les carottes LPR04-06 et LPR04-07 ont leurs intensités respectives définies sur les intervalles de températures 100-370°C et 20-530°C. Les paléointensités obtenues sont de qualité comparable ( $Q_{éch}$  respectifs de 8 et 10) et leurs valeurs très proches (voir résultats du site LPR04 en IV.B.1.e).

Pour chaque site, la valeur de paléointensité moyenne ainsi qu'un à deux diagrammes d'Arai représentatifs du site seront présentés afin d'illustrer ces résultats. Les informations détaillées sur chaque échantillon analysé en Thellier et Thellier sont disponibles en *Annexe 7*.

#### IV.B.1.e) Résultats paléomagnétiques propres à chaque site des Iles Canaries

##### Site TT56

Les analyses thermomagnétiques des 14 échantillons révèlent une composition de type titanomagnétite avec un contenu largement variable en titane suggéré par la grande diversité des courbes thermomagnétiques obtenues (*Figure IV.15.a-b*). Les courbes de types b) montrent un enrichissement en titane par rapport à a) avec une possible exsolution. Aucune corrélation n'a été trouvée entre la position des carottes au sein de la coulée et l'hétérogénéité des résultats minéralogiques obtenus. Les profils thermiques BT présentent une baisse plus marquée de l'aimantation à faible température que lors de la désaimantation thermique, réalisée entre 65 et 540°C, par paliers de 20 à 40°C. Cette dernière analyse a permis d'obtenir les directions des ChRMs de chaque échantillon (*Figure IV.15.c*) qui sont cohérentes à l'échelle du site ( $\alpha_{95} = 2,7^\circ$ , *Figure IV.15.d*). La détermination de paléointensité a été effectuée sur les 14 échantillons et a été guidée par les étapes de désaimantation thermique. Parmi ces échantillons, 3 ne sont pas exploitables. Les 11 échantillons restants (dont un possédant un Cdrat de -10,7 mais gardé par cohérence) affichent des valeurs variant de 38 à 78  $\mu\text{T}$ . Trois valeurs (75, 77 et 78  $\mu\text{T}$ ) se démarquent trop des 8 autres centrées autour de 50  $\mu\text{T}$  (*Figure IV.15.e-f*), et n'ont donc pas été retenues. On note que deux des valeurs sont un peu éloignées de la moyenne (38 et 67  $\mu\text{T}$ ) mais ne font qu'augmenter l'incertitude qui reste néanmoins acceptable puisque le  $\sigma_B/B$  ne dépasse pas 20%. La valeur finale de paléointensité de ce site est donc moyennée sur 8 valeurs et vaut  $50,4 \pm 8,1 \mu\text{T}$ .

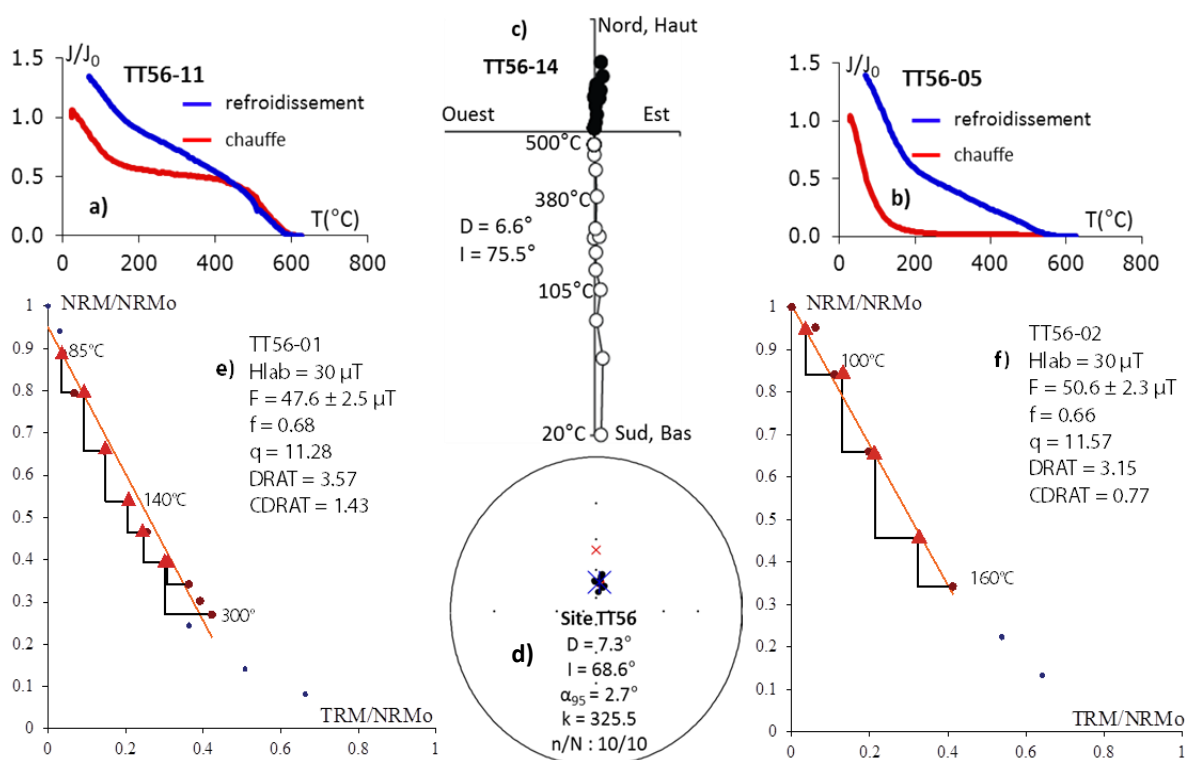


Figure IV.15 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site TT56.



## Site TT57

Les analyses thermomagnétiques présentent des profils homogènes de type HT (Figure IV.16.a-b). La désaimantation thermique a été effectuée sur 12 échantillons entre 100 et 565°C, par paliers de 10 à 55°C. Il existe une bonne cohérence entre les profils des courbes thermomagnétiques et de désaimantation thermique. Les directions obtenues sont stables et permettent d'accéder à la direction des ChRM de l'ensemble des échantillons (Figure IV.16.c-d). Néanmoins, seuls 5 de ces ChRMs possèdent une direction suffisamment cohérente pour pouvoir former un groupe. Parmi les 7 échantillons rejetés, 6 sont situés dans la partie gauche de la coulée (vue de face) et 1 dans la partie droite présentant une anomalie magnétique justifiant le rejet. Néanmoins pour les 6 autres aucune explication (anomalie magnétique, erreur de génératrice, bloc basculé) n'a pu être trouvée pour expliquer l'anomalie directionnelle. La paléodirection est donc calculée sur la base de ces 5 directions avec un  $\alpha_{95}$  de 6.9° (Figure IV.16.e). La stabilité des directions et la présence de grains SD pour certains échantillons ont motivé une détermination de paléointensité. Les résultats obtenus ne sont malheureusement pas interprétables, puisque la totalité des échantillons analysés présente des profils hyperboliques (Figure IV.16.f-g). Aucune valeur de paléointensité n'a donc pu être déterminée pour ce site.

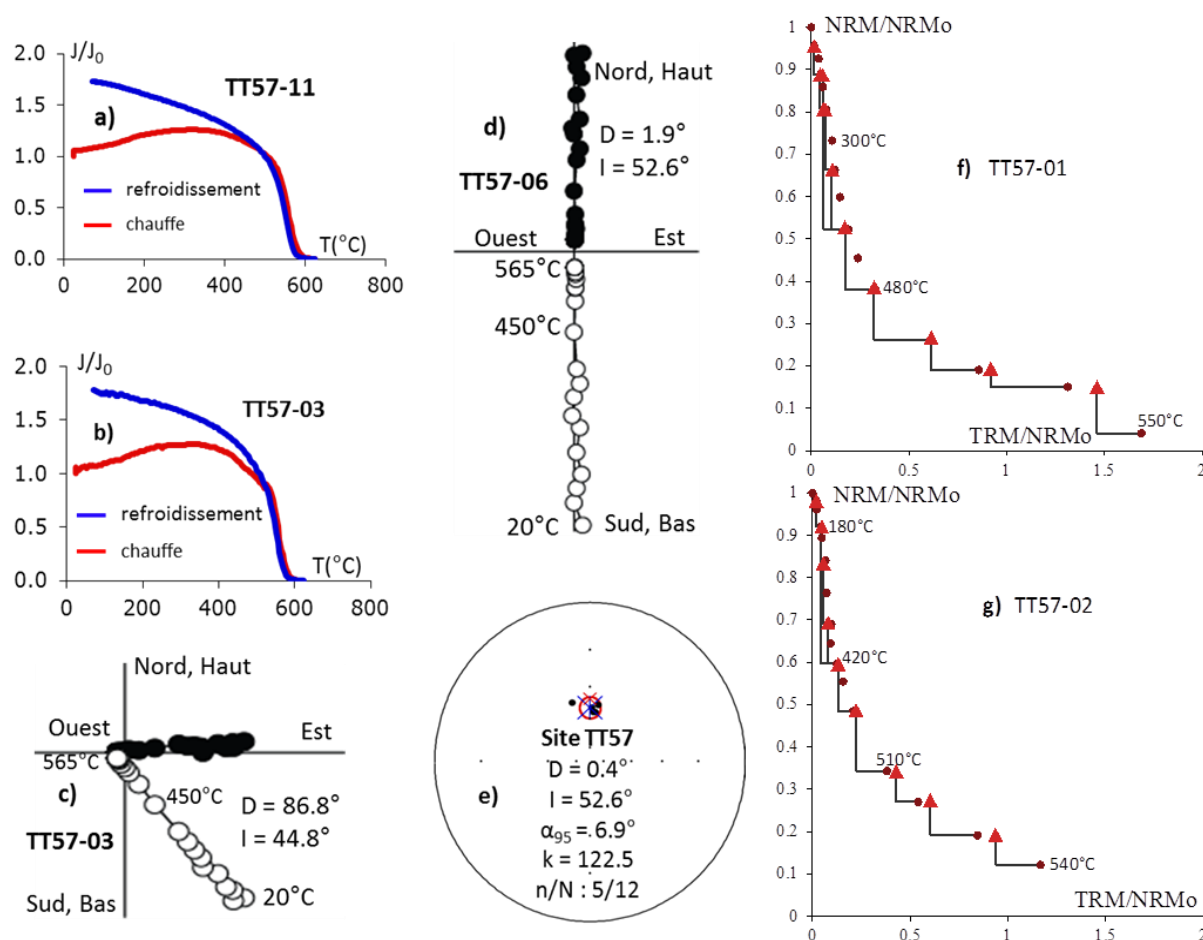


Figure IV.16 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site TT57.

## Site LPR01

Les courbes thermomagnétiques, principalement HTBT, reflètent une composition de type titanomagnétite à teneur en titane variant de faible à moyenne (*Figure IV.17.b-c*). Les profils de désaimantation thermique sont en accord avec les courbes thermomagnétiques. Les ChRMs identifiées par désaimantation entre 65 et 540°C, par paliers de 20 à 40°C, ont des directions cohérentes entre elles dans l'ensemble. Trois ChRMs présentent des directions sensiblement différentes de la moyenne du site (écarts angulaires : 14,8° - 18,7° - 56°) et sont donc mises à l'écart. La paléodirection est ainsi obtenue avec un  $\alpha_{95}$  de 3,5° en moyennant les directions de 8 ChRMs (*Figure IV.17.a-d-e*). L'analyse de Thellier et Thellier des 11 carottes a fourni 8 valeurs de paléointensité exploitables (dont 7 obtenues sur des carottes acceptées en direction) variant de 22 à 31  $\mu\text{T}$  (*Figure IV.17.f-g*). Parmi ces carottes, 5 ne passent pas les critères de PICRIT-03. Une d'entre elles possède un  $\alpha$  trop important à cause de la détermination de direction qui ne fournit pas de valeur conforme au reste du site (écart angulaire de 26°). Néanmoins, la direction obtenue lors de Thellier et Thellier est en accord avec le reste du site. Cela indique une erreur de positionnement de l'échantillon (certainement liée à une mauvaise lecture de la génératrice) lors de la mesure en désaimantation thermique. La valeur de paléointensité de cette carotte est donc acceptée par cohérence. Les 4 autres carottes possèdent des Drat (10,8 à 22,2) et Cdrat (>20) trop importants à cause de la double chauffe à 100°C pour laquelle un incident a dû avoir lieu. Néanmoins leurs résultats cohérents avec ceux des carottes passant les critères de PICRIT-03 nous incitent à les garder par cohérence. La valeur finale de paléointensité est ainsi moyennée sur 8 valeurs et vaut :  $26,8 \pm 2,8 \mu\text{T}$ .

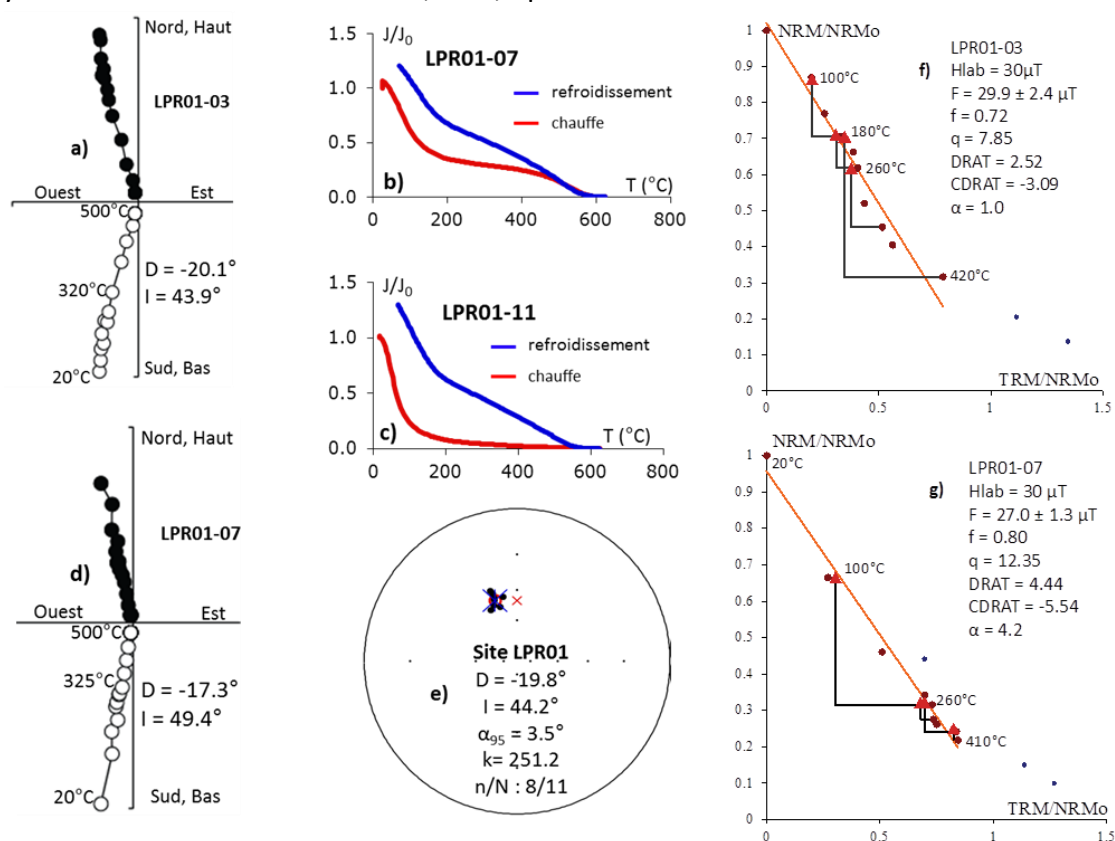
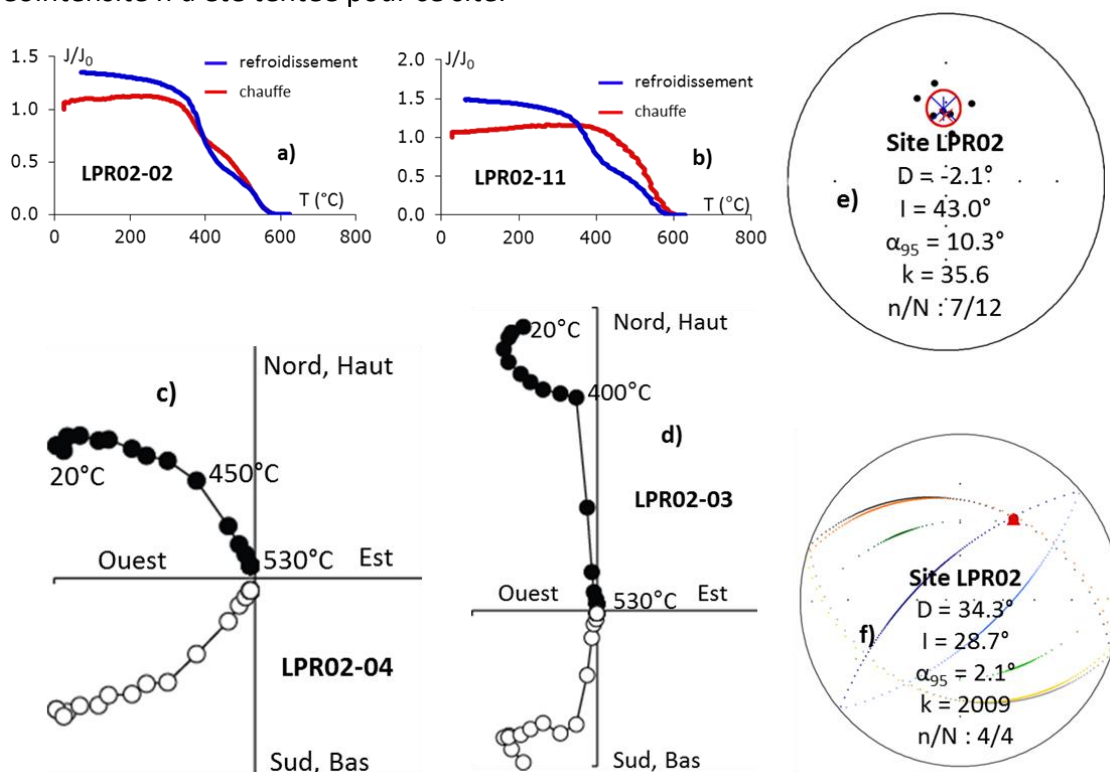


Figure IV.17 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR01.

## Site LPR02

Les profils thermomagnétiques du site LPR02 reflète une composition relativement homogène, probablement de type titanomagnétite à faible teneur en titane présentant de légères transformations minéralogiques lors de la chauffe (*Figure IV.18.a-b*). Les profils thermiques obtenus par désaimantation sont en accord avec les courbes thermomagnétiques (excepté pour la carotte LPR02-05 et dans une moindre mesure LPR02-06). L'ensemble des carottes, désaimantées entre 100 et 530 °C par paliers de 10 à 55°C, présente des diagrammes caractéristiques d'une aimantation multicomposante. Ainsi les diagrammes décrivent soit un grand cercle (les spectres thermiques des aimantations présentes se superposent : *Figure IV.18.c*), soit se composent de plusieurs parties dans lesquels les spectres thermiques semblent ne se superposer que partiellement (*Figure IV.18.d*). Seuls ces derniers sont interprétables par analyse en composante principale (PCA). Huit ChRMs ont ainsi été caractérisées, pour lesquelles 2 sont mises à l'écart car elles possèdent des directions beaucoup trop différentes. Les 6 autres échantillons ont permis d'obtenir une direction moyenne (*Figure IV.18.e*). Les 4 échantillons restants décrivent des grands cercles dont 3 sont différents les uns des autres. Leur analyse, par détermination de leurs pôles respectifs, a permis d'obtenir une direction de l'aimantation du site (*Figure IV.18.f*). Il est vraisemblable que les directions obtenues par PCA, montrant une certaine dispersion (*Figure IV.18.e*) ne soient pas entièrement « nettoyées » d'une aimantation secondaire. La direction moyenne d'aimantation primaire du site n'est donc pas déterminée avec certitude. Les roches possédant une aimantation multicomposante ne sont pas favorables à l'expérience de Thellier et Thellier. Ainsi, aucune détermination de paléointensité n'a été tentée pour ce site.



*Figure IV.18 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR02.*

## Site LPR03

Les analyses thermomagnétiques fournissent des profils similaires de titanomagnétites pauvres en titanes (*Figure IV.19.a*). Sur la base de ces profils, la désaimantation thermique a été effectuée entre 105 et 580°C par paliers de 15 à 50°C. Les profils thermiques obtenus sont en accord avec les courbes thermomagnétiques. Les ChRMs obtenues ont des directions stables (*Figure IV.19.b-f*) et cohérentes entre elles, à l'exception d'une, affichant un écart angulaire de 188,8° avec la moyenne du site (probablement due à une erreur de lecture de la génératrice), et donc mise à l'écart. La direction du paléovecteur est ainsi calculée, avec un  $\alpha_{95}$  de 3.5°, en moyennant les directions de 8 ChRMs (*Figure IV.19.c*). Ces résultats favorables ont motivé l'étude de paléointensité pour l'ensemble du site. Sur les 10 échantillons analysés, 3 ne sont pas exploitables (hyperboles). Sur les 7 échantillons restant, 2 possèdent des valeurs de Drat (7,3 et 9,7) et Cdrat (26,1) supérieures aux limites fixées par PICRIT-03. Un des 2 échantillons est néanmoins conservé par cohérence avec le reste du site. Parmi les 5 échantillons passant les critères PICRIT-03 (*Figure IV.19.d-e*), 1 est écarté en raison de sa valeur de paléointensité (33,9  $\mu\text{T}$ ) bien plus faible que celles des autres échantillons. Cet échantillon provient de la même carotte que celle affichant un écart angulaire de 188° avec le reste du site. Lors de l'analyse de paléointensité la même direction est obtenue, laissant penser à une erreur sur l'identification de la génératrice après prélèvement de la carotte. La paléointensité de ce site est donc calculée à partir de 5 valeurs différentes (pour lesquelles  $Q_{\text{éch}}$  varie de 8 à 11) et est égale à  $44,1 \pm 3,5 \mu\text{T}$ . Notamment, la carotte LPR03-03 (*Figure IV.19.d*) fournit des résultats de paléointensité quasi idéaux malgré des analyses FORC mettant en avant un mélange de grains PSD et MD (IV.B.1.b, *Figure IV.11*).

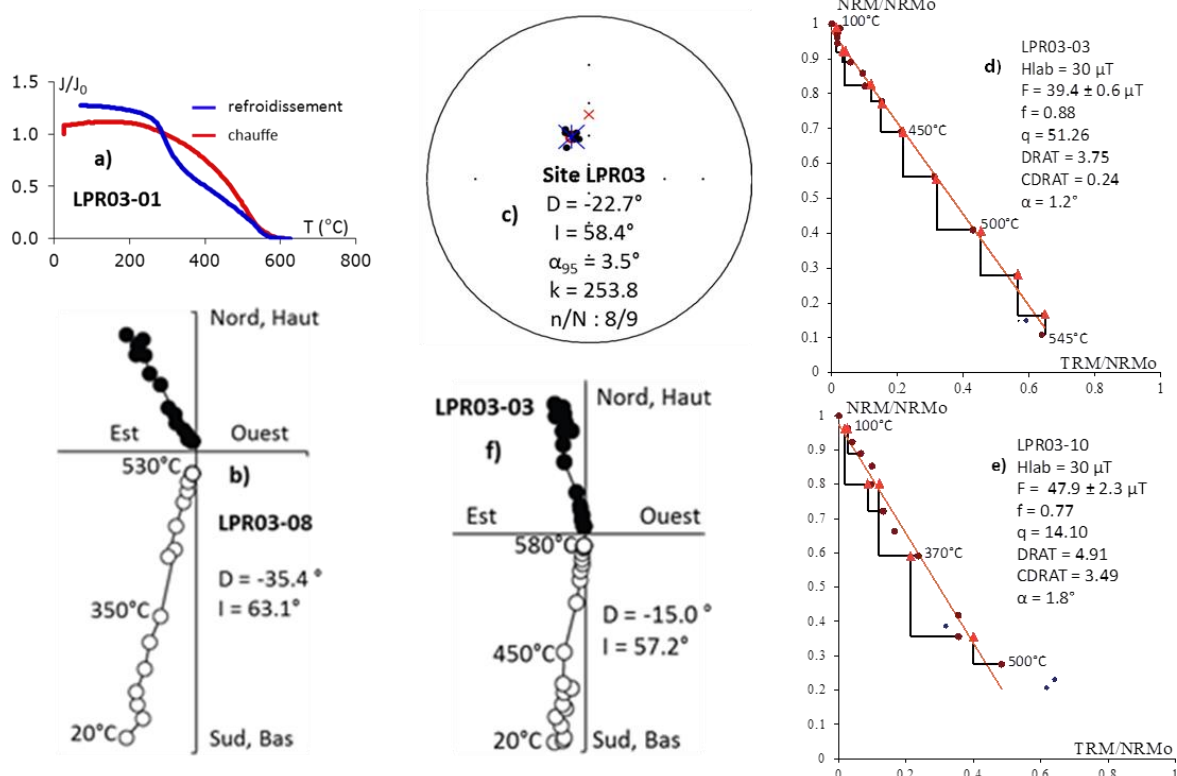


Figure IV.19 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR03.

## Site LPR04

L'ensemble des carottes analysées par Balance de Curie témoignent d'une composition relativement homogène en titanomagnétites peu affectées par un cycle chauffe-refroidissement (*Figure IV.20.a-b*). Seules 2 carottes affichent un profil plus HT (*Figure IV.20.b*). Les désaimantations thermiques ont été effectuées entre 20 et 550°C par paliers variant de 10 à 50°C. Les profils obtenus diffèrent légèrement de ceux des analyses thermomagnétiques, en cela que la perte d'aimantation est plus régulière au fil de la chauffe au lieu d'avoir brutalement lieu vers 400°C. Pour les 9 échantillons étudiés, les directions des ChRMs obtenues sont stables (*Figure IV.20.c-d*) et cohérentes, à l'exception de 2 présentant un écart angulaire avec la moyenne du site de 13,2° et 14,9°. La direction du paléovecteur a ainsi été calculée à partir des directions de 7 des 9 ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 2,7° (*Figure IV.20.e*). L'analyse de Thellier et Thellier, effectuée sur 10 échantillons, a été guidée par les étapes de désaimantation thermique. Parmi les 10 carottes analysées, 8 fournissent des résultats exploitables pour lesquels les valeurs de paléointensité varient de 21 à 35  $\mu\text{T}$  (*Figure IV.20.f-g*). Sur ces 8 déterminations, 2 ne passent pas les critères de PICRIT-03 (Drat = 10,3 et 13,8 ; Cdrat = 12 et 15,5) et sont donc mises à l'écart. La paléointensité moyenne de ce site, basée sur ces 6 déterminations (dont les  $Q_{\text{éch}}$  varient de 8 à 10), est  $27,3 \pm 3,9 \mu\text{T}$ . Comme pour le site LPR03, on retrouve dans ce site une carotte (LPR04-07, *Figure IV.20.g*) fournissant des résultats de paléointensité quasi idéaux malgré des analyses FORC mettant en avant un mélange de grains PSD et MD (*IV.B.1.b, Figure IV.11*).

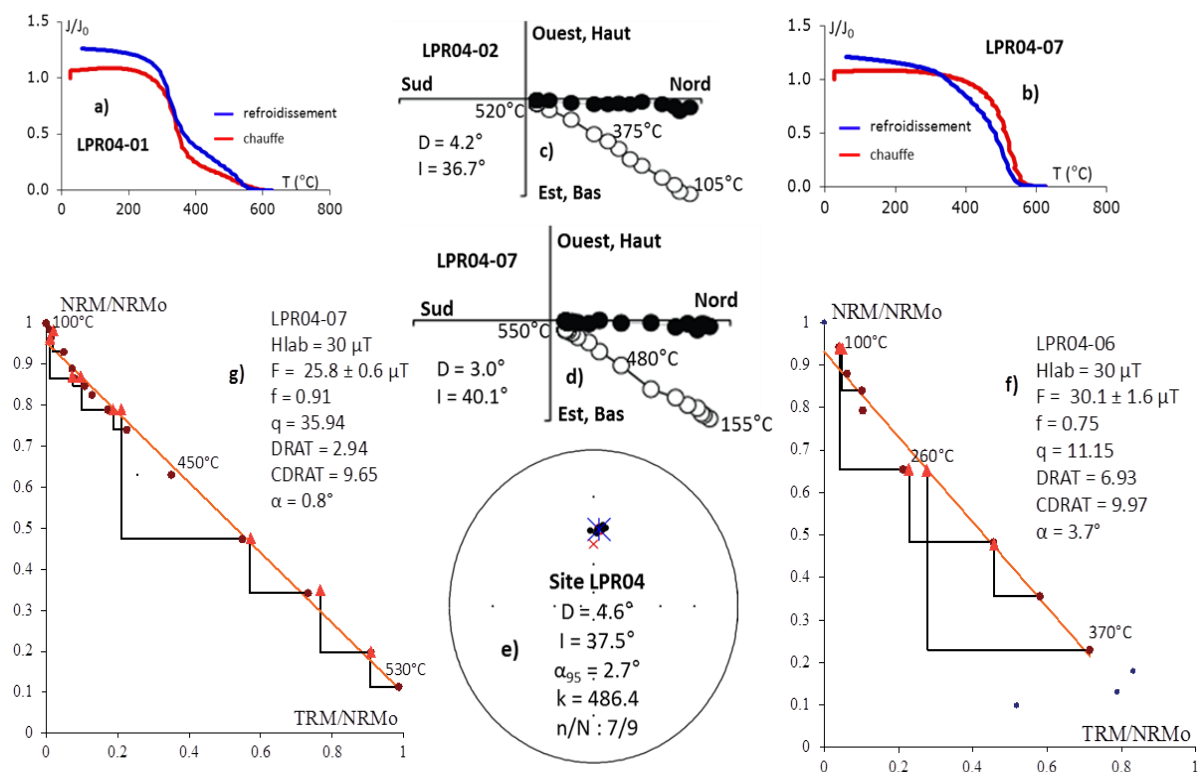


Figure IV.20 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR04.

## Site LPR05

Ce site présente des analyses thermomagnétiques assez similaires (*Figure IV.21.a*) pour l'ensemble de ses carottes reflétant une composition assez homogène en titanomagnétite pauvre en titane, présentant de légères transformations lors d'un cycle chauffe-refroidissement (surtout visible sur la deuxième partie du refroidissement, à « basse » température). Les désaimantations thermiques, réalisées sur 10 carottes entre 100 et 590°C, présentent des profils thermiques dans l'ensemble en accord avec les courbes thermomagnétiques. Les ChRMs obtenues sont stables (*Figure IV.21.b-f*) et cohérentes entre elles, à l'exception de 2 carottes mises à l'écart (écart angulaire avec la moyenne du site de 34,1° et 39,8°). La direction moyenne du paléovecteur du site a ainsi été calculée à partir de 8 valeurs de ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 6,1° (*Figure IV.21.c*). L'étude de paléointensité a été effectuée sur la base de ces résultats préliminaires. Toutes les carottes analysées fournissent des résultats exploitables, soit 10 valeurs de paléointensité variant de 32 à 66  $\mu\text{T}$  (*Figure IV.21.d-e*). Deux carottes présentent un  $\alpha$  de plus de 15° et ne passent donc pas les critères de PICRIT-03. Néanmoins, une des 2 est conservée par cohérence de ses valeurs de paléointensité et de direction avec le reste du site lors de l'analyse de Thellier et Thellier (la direction de l'échantillon « jumeau » était de celles rejetées pour cause d'éloignement trop important à la moyenne à l'issue de la désaimantation thermique). Deux des 9 échantillons restants sont par la suite mis à l'écart en raison de valeurs de paléointensité (32 et 66  $\mu\text{T}$ ) trop différentes du reste du site (environ 50  $\mu\text{T}$ ). La paléointensité finale, moyennée sur 7 valeurs ( $Q_{\text{éch}}$  variant de 10 à 12), est de 48,7  $\pm$  5,9  $\mu\text{T}$ .

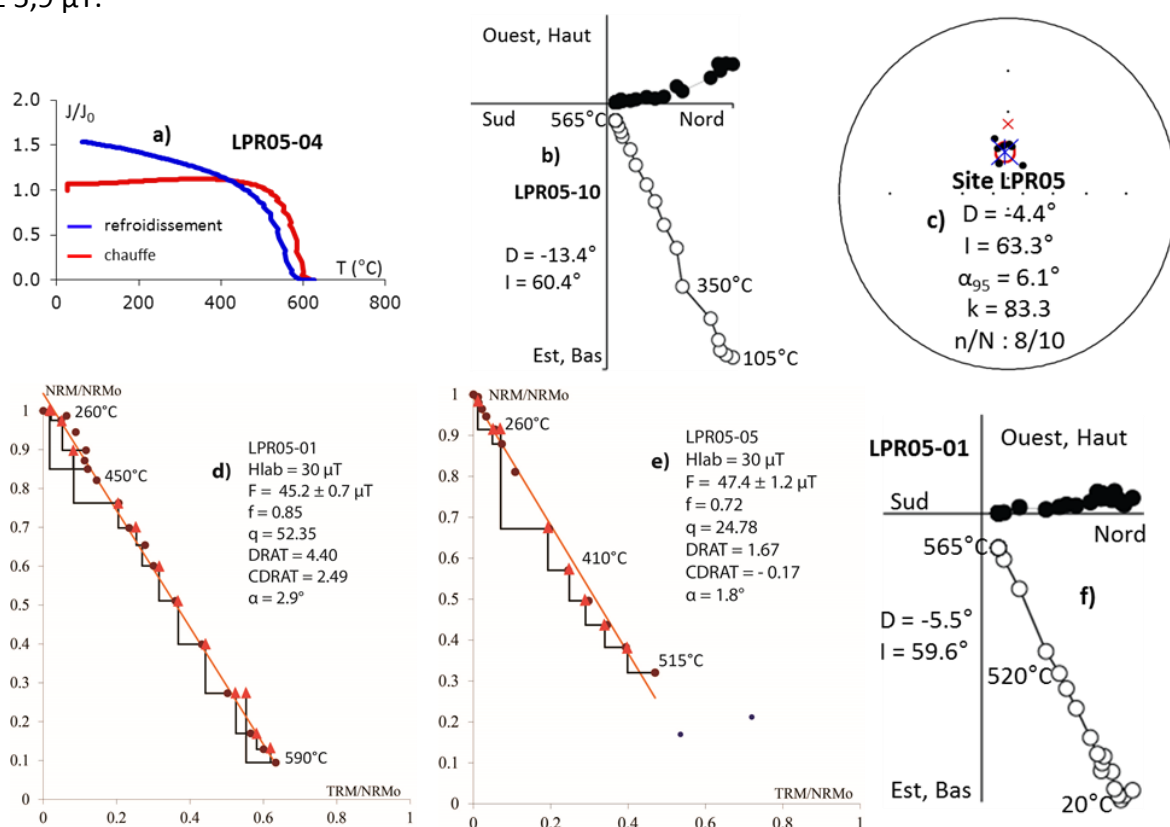


Figure IV.21 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR05.



## Site LPR06

Les profils thermomagnétiques témoignent principalement d'une composition en titanomagnétite dont la proportion en titane est élevée (*Figure IV.22.a*), avec cependant 3 carottes possédant une teneur plus faible en titane (*Figure IV.22.b*). A l'exception de ces 3 carottes, l'ensemble des échantillons semble légèrement affecté lors de la chauffe lorsque celle-ci est poussée à haute température (580°C). Aucune corrélation entre les 2 types de comportements observés et la position dans la coulée n'a été décelée. Sur la base de ces informations, les désaimantations thermiques ont été réalisées entre 65 et 565°C, par paliers de 5 à 40°C. Les profils thermiques sont, de manière générale, en bon accord avec les courbes thermomagnétiques, bien qu'apparaissant légèrement plus HT. L'analyse en composante principale permet d'obtenir 12 ChRMs dont les directions sont stables et relativement cohérentes entre elles (*Figure IV.22.c-d*). Trois carottes présentent néanmoins des ChRMs dont les directions sont éloignées de la moyenne du site (écart angulaire de 17,1° - 21,1° - 41,8) et la direction d'un autre échantillon décrit un grand cercle. Ces 4 échantillons sont donc rejetés pour le calcul de la direction moyenne du paléovecteur du site. Celle-ci, basée sur 8 valeurs de ChRMs est définie avec un  $\alpha_{95}$  de 5,6° (*Figure IV.22.e*). Parmi les 8 échantillons à avoir subi l'analyse de paléointensité, 6 se sont avérés ne pas être exploitables. Les 2 échantillons restants (23,8 et 24,1  $\mu\text{T}$ ) respectent les critères de PICRIT-03 et ont donc été moyennés afin d'obtenir la paléointensité de ce site : 23,9  $\mu\text{T}$  (*Figure IV.22.f*).

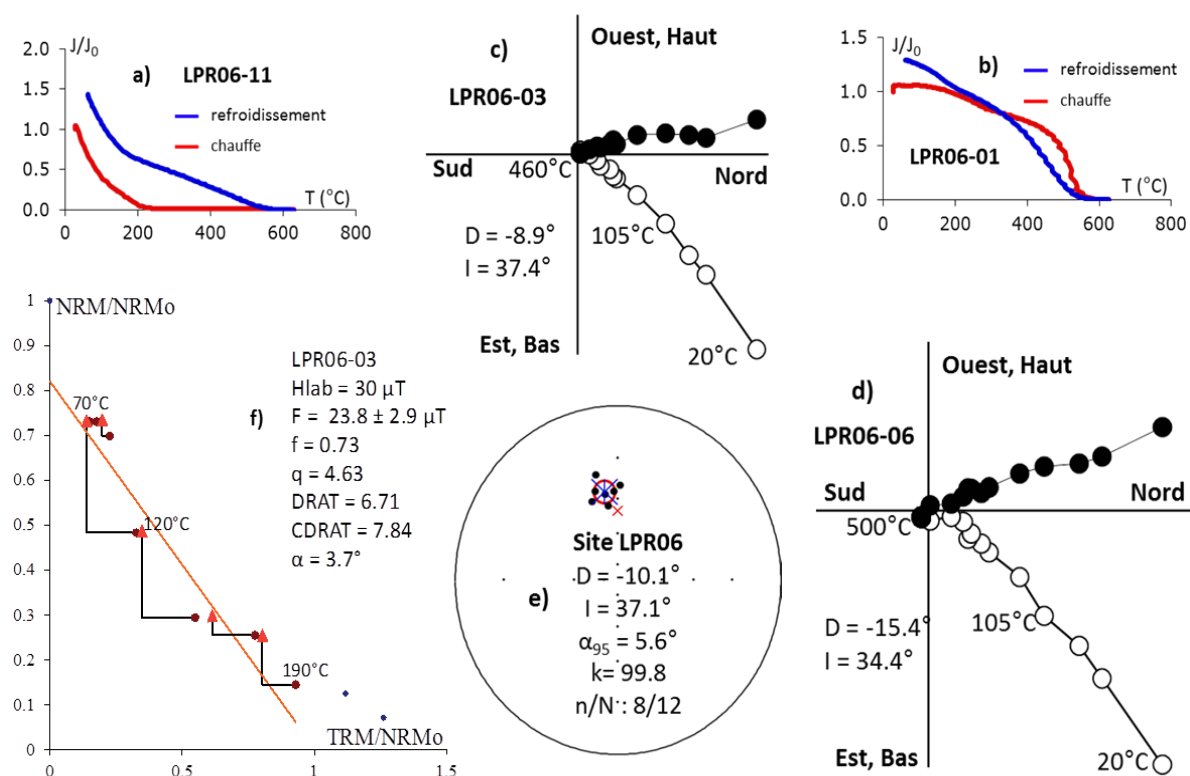


Figure IV.22 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR06.

## Site LPR08

Les analyses thermomagnétiques révèlent une composition variable en titane. Ainsi, si la majorité des échantillons présente une teneur moyenne en titane (*Figure IV.23.a*), 3 présentent un profil HT de type magnétite (donc pauvre en titane) illustré par la *Figure IV.23.b*. De plus, pour la majorité des carottes, le cycle chauffe-refroidissement semble peu affecter les porteurs d'aimantation (*Figure IV.23.a-b*). Ces profils thermiques sont dans l'ensemble en bon accord avec ceux obtenus lors de la désaimantation thermique (excepté pour 2 carottes). Trois des 10 carottes désaimantées présentent des aimantations superposées, illustrées par des grands cercles. Pour les autres carottes, la désaimantation thermique a fourni des ChRMs stables (*Figure IV.23.c*) et cohérentes entre elles. La direction moyenne du paléovecteur de ce site ainsi calculée sur la moyenne des directions des 7 ChRMs (*Figure IV.23.d*) avec un  $\alpha_{95}$  de  $4,2^\circ$ . L'analyse de la convergence des grands cercles permet d'aboutir à une valeur de paléodirection quasiment identique de celle obtenue par moyenne des ChRMs. La combinaison de l'analyse des grands cercles avec les ChRMs fournit la paléodirection du site avec un  $\alpha_{95}$  de  $3,6^\circ$  (*Figure IV.23.e*). Les échantillons ayant fourni une ChRM ont par la suite été analysés en Thellier et Thellier sur la base des paliers utilisés en désaimantation thermique. Au sein des 7 échantillons analysés, 1 n'est pas exploitable (diagramme d'Arai en hyperbole) et est donc rejeté. Trois échantillons sont ensuite écartés pour non-respect des critères de PICRIT-03 : la perte d'intensité de ces échantillons a été bien plus rapide que ce que nous estimions, aboutissant à un nombre de doubles chauffes et/ou étapes contrôles insuffisantes pour être acceptables. La moyenne des 3 valeurs restantes (*Figure IV.23.f*) fournit la paléointensité du site :  $35,8 \pm 5,5 \mu\text{T}$ .

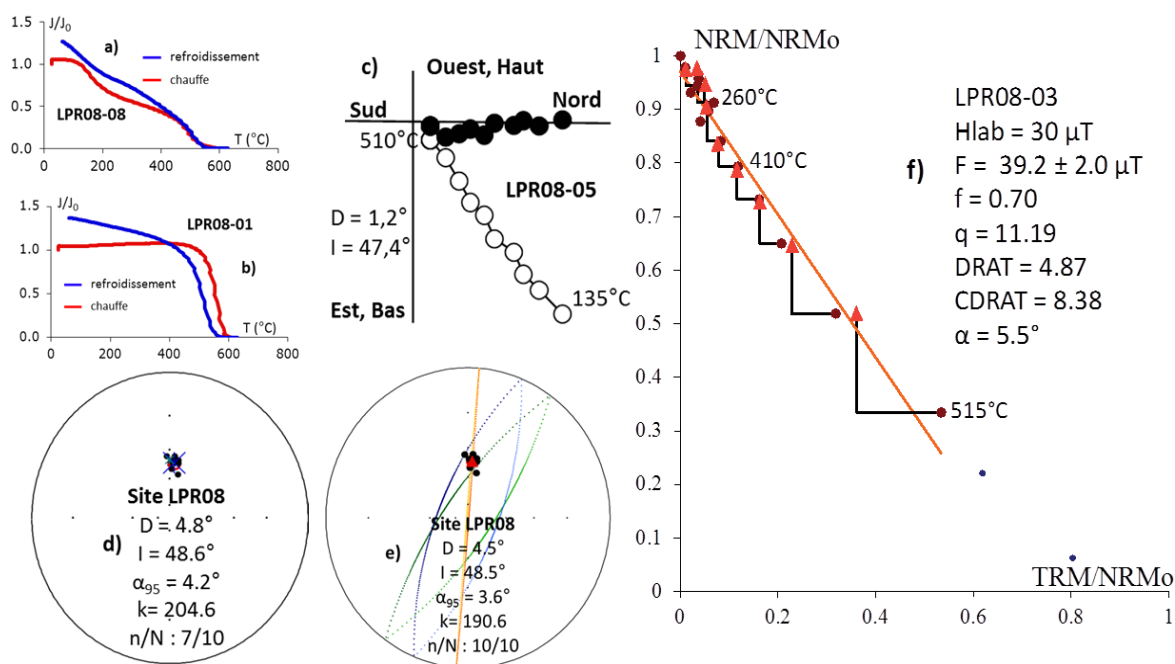


Figure IV.23 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR08.



## Site LPR09

L'analyse thermomagnétique révèle des porteurs d'aimantations de type titanomagnétites moyennement riches en titane, et qui se transforment beaucoup lors de la chauffe (*Figure IV.24.a-b*). Deux analyses thermomagnétiques partielles révèlent que le changement minéralogique survient à température relativement élevée : 300-400°C. Les basses températures peuvent donc fournir des informations fiables. La désaimantation thermique, réalisée entre 65 et 540°C par paliers de 20 à 55°C, fournit des profils thermiques HTBT en bon accord avec les courbes thermomagnétiques. Il faut néanmoins noter que la perte d'aimantation semble se faire de manière plus progressive et régulière lors de la désaimantation thermique. La désaimantation a fourni 10 ChRMs monodirectionnelles et dans l'ensemble cohérentes entre elles (*Figure IV.24.c*). Deux ont été mises à l'écart à cause de directions sensiblement différentes du reste du site (écarts angulaires 11,3° et 11,6°). La direction du paléovecteur a donc été obtenue sur la moyenne des directions de 8 ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 2,0° (*Figure IV.24.d*). Sur la base des étapes de la désaimantation, une expérience de Thellier et Thellier a été menée sur l'ensemble des 11 carottes pour lesquelles 6 ne sont pas exploitables (points très dispersés ou hyperboles). Un des 5 échantillons restant possède un Cdrat légèrement supérieur à 10, mais est conservé par cohérence avec les 4 autres échantillons respectant les critères de PICRIT-03. Un autre de ces échantillons possède un  $\alpha > 15^\circ$  mais cette valeur n'a pu être calculée que par rapport à la direction moyenne du site fournie par la désaimantation thermique car aucun échantillon « jumeau » n'a été désaimanté. Sa valeur de paléointensité, cohérente avec celle des autres échantillons a donc été conservée. La paléointensité du site LPR09 obtenue à partir de 5 valeurs (pour lesquels 2 ont  $Q_{éch} = 10$ , 2 ont  $Q_{éch} = 7$ , et 1 a  $Q_{éch} = 1$ ) atteint  $42,3 \pm 7,1 \mu T$  (*Figure IV.24.e*).

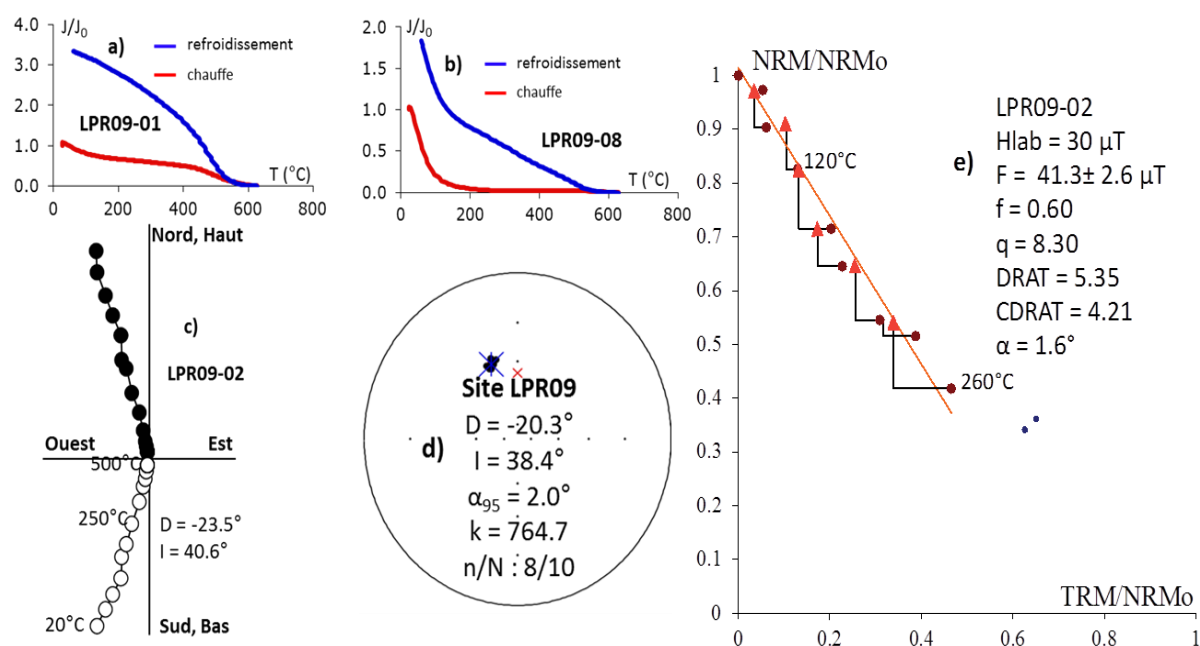


Figure IV.24 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR09.

## Site RGC01

Les courbes thermomagnétiques obtenues reflètent une coulée relativement homogène semblant contenir des titanomagnétites relativement pauvres en titane et présentant de légères transformations par chauffage (*Figure IV.25.a-d*). Les 10 échantillons désaimantés par paliers de 10 à 50°C depuis 105 jusqu'à 545°C ont tous fourni des directions stables et cohérentes entre elles. Un échantillon est mis à l'écart en raison d'un écart angulaire de 11,4° avec la moyenne du site. Les directions de 9 ChRMs ont donc été moyennées afin d'obtenir la direction du paléovecteur du site avec un  $\alpha_{95}$  de 3,0° (*Figure IV.25.b*). Sur la base de ces résultats, une détermination de paléointensité a été effectuée pour chaque échantillon. Parmi les 11 échantillons analysés, 6 ne sont pas exploitables. Le grand nombre d'échantillon non exploitables est dû à la minéralogie de ce site. En effet, le suivi de la direction d'aimantation indique qu'elle tend à s'aligner avec celle du champ appliqué dans le four au-delà de 200-250°C (*Figure IV.25.c*), renseignant ainsi sur la formation au cours de la chauffe de nouveaux minéraux magnétiques ayant une température de déblocage supérieure à la température appliquée. Ces changements minéralogiques sont confirmés par la réalisation d'analyses thermomagnétiques partielles qui mettent en évidence une non-reversibilité entre courbes de chauffe et refroidissement dès les basses températures (*Figure IV.25.d-e-f-g*). Sur les 5 échantillons exploitables, 3 ne passent pas PICRIT-03 pour cause du nombre d'étapes de contrôle insuffisantes, Cdrat trop élevé (-11,1) et  $\alpha = 23^\circ$ . Ils sont donc rejetés. Les 2 échantillons restant fournissent des valeurs très différentes : 53 et 26  $\mu\text{T}$ . Aucun groupe de valeurs cohérentes n'est donc discernable. De plus, les 2 paléointensités sont obtenus avec une qualité similaire au regard des critères de sélection et du diagramme d'Arai ( $Q_{\text{éch}} = 8$ ). Il n'est donc pas possible de donner plus de poids à une valeur qu'à une autre. Pour cette raison, aucune valeur de paléointensité n'a pu être déterminée pour ce site.

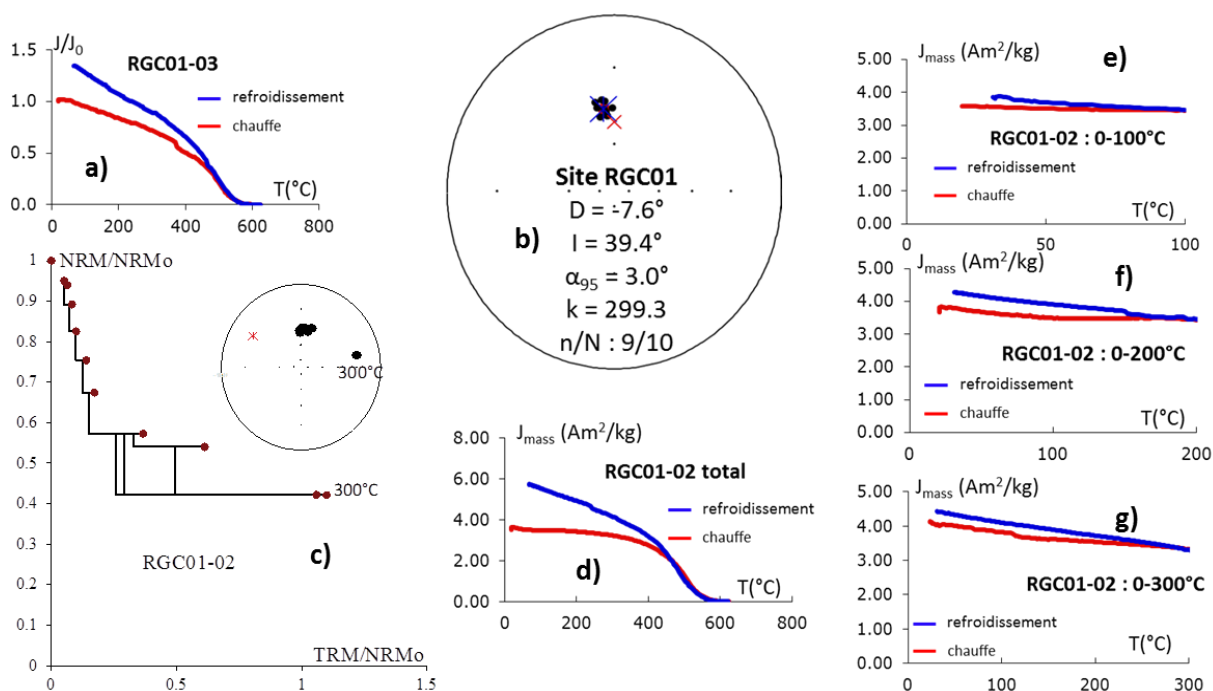


Figure IV.25 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC01.

## Site RGC02

L'analyse thermomagnétique révèle une minéralogie relativement homogène de type titanomagnétites s'altérant avec la chauffe dans la plupart des cas (*Figure IV.26.a-b*). Les désaimantations thermiques, réalisées sur 12 échantillons, fournissent des profils thermiques dans l'ensemble cohérents avec ceux fournis par les courbes thermomagnétiques. La désaimantation a fourni 6 ChRMs dont les directions sont stables. En effet la moitié des carottes présente des grands cercles, caractéristiques d'une aimantation multi-composantes (*Figure IV.26.c*). Les ChRMs monodirectionnelles obtenues ont des directions trop différentes les unes par rapport aux autres pour espérer calculer avec précision une paléodirection pour cette coulée (*Figure IV.26.d*). Néanmoins l'analyse des 6 grands cercles permet d'obtenir la direction moyenne de ce site avec un  $\alpha_{95}$  de  $5,7^\circ$  (*Figure IV.26.e*). En raison de résultats non favorables en analyse thermomagnétique (courbe non réversibles) et en désaimantation thermique (beaucoup d'aimantations multi-composantes), le site RGC02 n'a pas été analysé en Thellier et Thellier. La raison de cette dispersion des directions est peut-être à chercher dans le fait que ce site se situe en bordure de route, dans un virage et que l'affleurement a sans doute été dégagé par des tirs de dynamite affectant l'aimantation de la roche même si aucune anomalie magnétique significative n'a été mesurée sur le terrain.

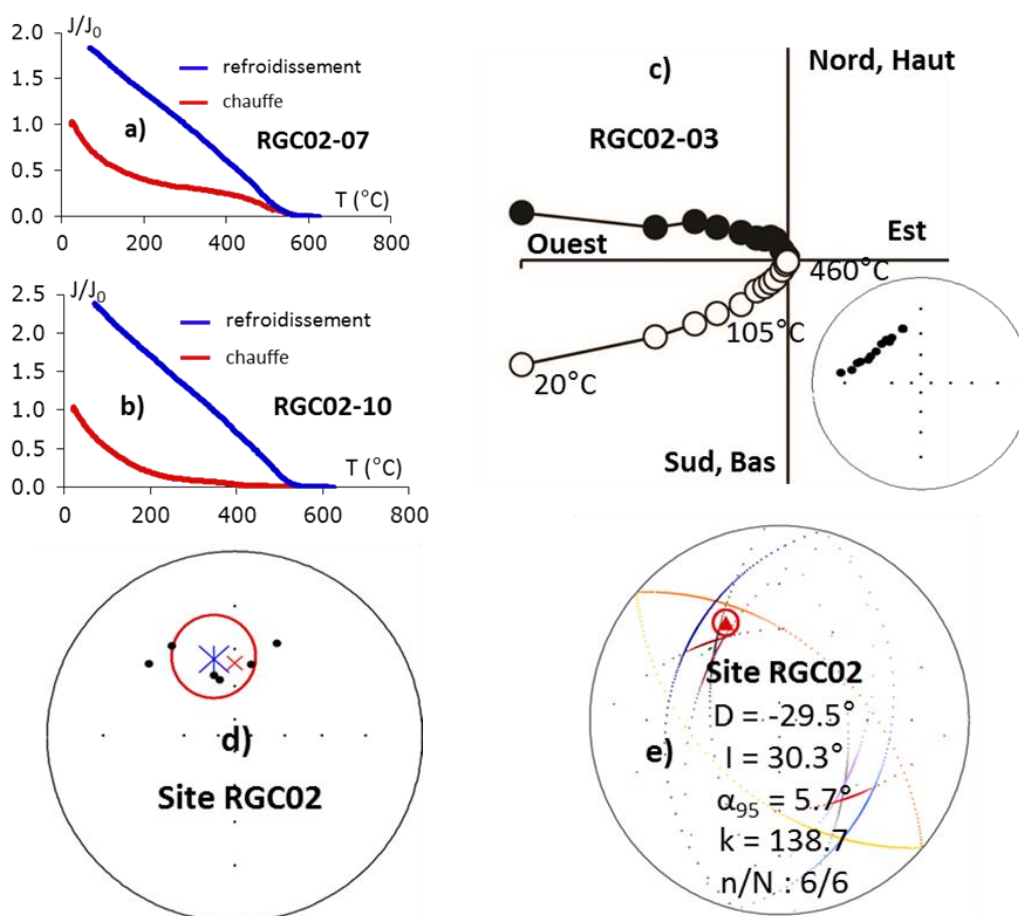
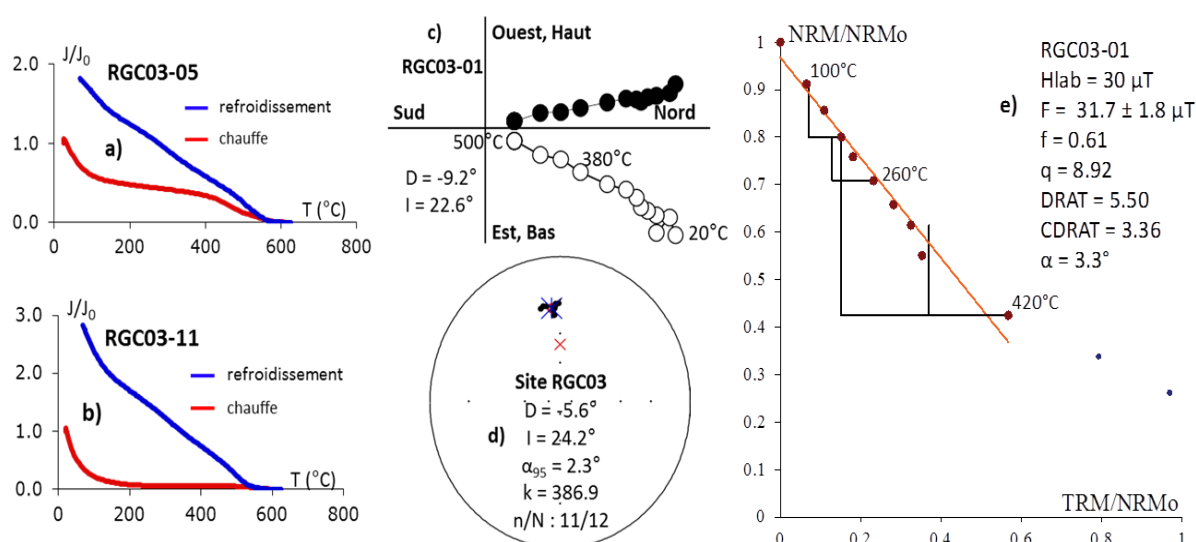


Figure IV.26 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC02.

## Site RGC03

L'analyse thermomagnétique révèle une composition majoritaire en titanomagnétites avec sans doute phénomène d'exsolution (*Figure IV.27.a-b*). La désaimantation a été effectuée sur 12 échantillons entre 65 et 540°C, par paliers de 20 à 55°C avec des profils dans l'ensemble en bon accord avec ceux obtenus par analyse thermomagnétique, bien que diminuant légèrement plus rapidement. Cette analyse a permis d'obtenir pour chaque échantillon des directions de ChRM stables et cohérentes entre elles (*Figure IV.27.c*). Une seule a été mise à l'écart en raison d'une direction trop différente des autres (écart angulaire de 14,6°). La paléodirection a été obtenue en moyennant les directions de 11 ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 2,3° (*Figure IV.27.d*). La détermination de paléointensité a été guidée par les étapes de désaimantation thermique. Elle a été effectuée sur l'ensemble des 13 échantillons pour lesquels seuls 5 ont fourni des résultats exploitables. Comme pour le site RGC01, le grand nombre d'échantillon non exploitables (8) est dû à la minéralogie magnétique du site. Ainsi à partir de 260°C, on constate que l'aimantation de ces échantillons part vers la direction du champ appliqué dans le four. Ceci est confirmé par l'utilisation d'analyses thermomagnétiques partielles où il apparaît effectivement une irréversibilité entre les courbes de chauffe et refroidissement dès les basses températures. Parmi les 5 valeurs exploitables, 3 possèdent des Drat (7,6 et 7,9) et/ou Cdrat (10,3 et -11,4) trop élevés pour répondre favorablement à PICRIT-03. Un de ces 3 échantillons est néanmoins conservé par cohérence de valeur avec les 2 échantillons restant qui passent tous les critères de PICRIT-03. La paléointensité du site est donc obtenue en moyennant 3 valeurs et vaut  $32,4 \pm 6,4 \mu\text{T}$  (*Figure IV.27.e*).



*Figure IV.27 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC03.*

## Site RGC04

Les analyses thermomagnétiques mettent en évidence une coulée homogène dont les porteurs d'aimantation sont de type titanomagnétite pauvre en titane et stable au cours de la chauffe jusqu'à 580°C (Figure IV.28.a-b). Les profils thermiques sont en bon accord avec ceux obtenus par désaimantation thermique, effectuée sur 12 échantillons entre 105 et un maximum de 560°C, par paliers de 10 à 50°C. La ChRM de chaque carotte a pu être déterminée (Figure IV.28.c-d). L'ensemble des ChRMs sont monodirectionnelles et présentent une bonne cohérence entre elles. Deux résultats ont été rejetés (écart angulaire avec la moyenne du site de 11,8° et 24,0°) dans le calcul de la direction du paléovecteur du site qui a donc été effectuée en moyennant 10 directions et est obtenue avec un  $\alpha_{95}$  de 4,2° (Figure IV.28.e). Une analyse de paléointensité a été réalisée sur la base des étapes de la désaimantation pour les 12 échantillons. Trois échantillons se sont avérés fournir des résultats non exploitables (hyperboles ou points de doubles chauffes « éclatés » sur le diagramme d'Arai). Parmi les 9 échantillons restant, 4 affichent des Drat (7,8 - 8,4 - 11,0) et/ou Cdrat (11,3 et 14,3) trop élevés par rapport à nos critères de sélection. Néanmoins, ces échantillons sont conservés par cohérence de valeurs de paléointensité avec les 5 échantillons respectant les critères de PICRIT-03 (Figure IV.28.f-g). La valeur de paléointensité de ce site est donc calculée à partir de 9 échantillons ( $Q_{\text{éch}}$  variant de 6 à 9, sauf ceux gardés par cohérence pour lesquels  $Q_{\text{éch}} = 1$ ) et vaut :  $30,8 \pm 5,3 \mu\text{T}$ .

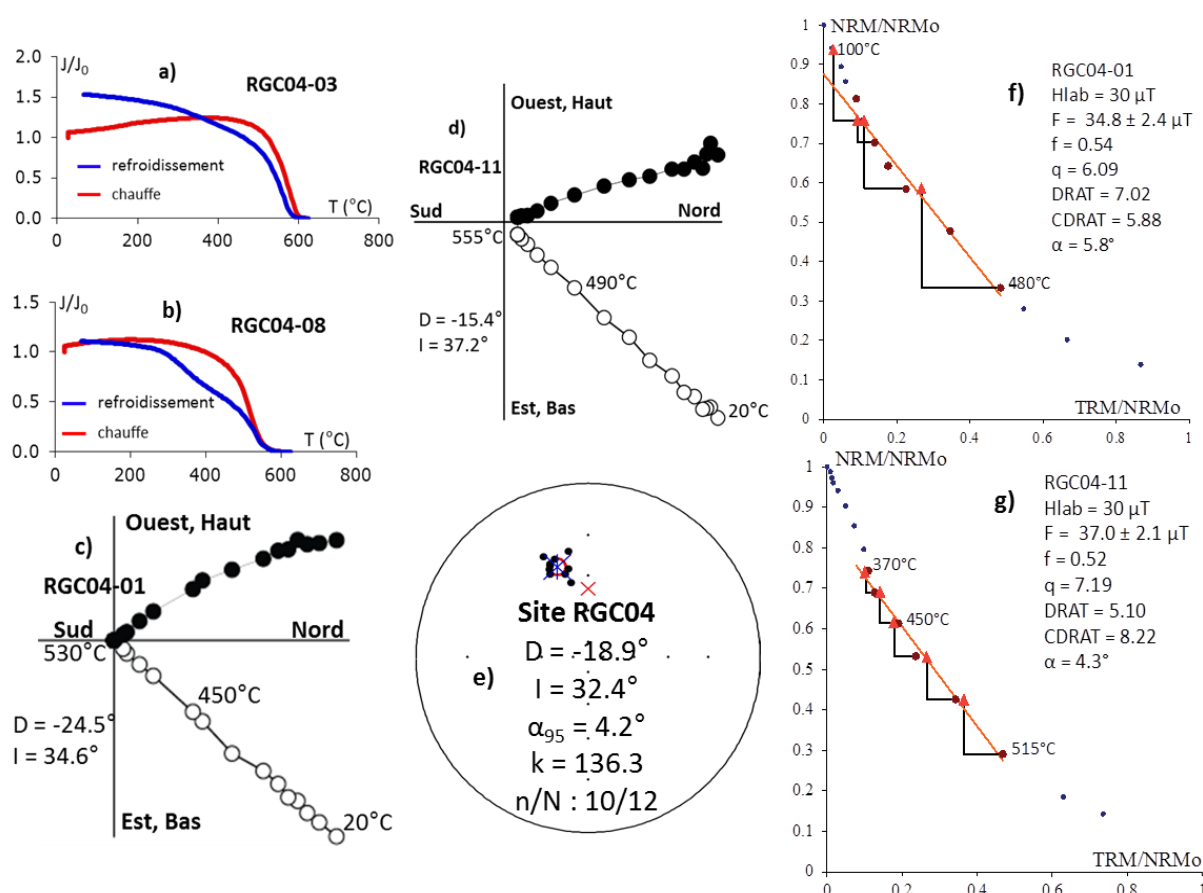


Figure IV.28 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC04.

## Site RGC07

Les courbes thermomagnétiques de ce site sont très homogènes et révèlent une composition en titanomagnétite riche en titane. La courbe de refroidissement est très différente, revenant à température ambiante à des valeurs plus de 15 fois plus élevées qu'avant la chauffe (*Figure IV.29.a-b*). Les désaimantations thermiques fournissent des profils de décroissance globalement cohérents avec ceux obtenus par analyse thermomagnétique. Cette désaimantation a fourni 1 direction de ChRM par échantillon, soit 10 au total. Elle a été effectuée à des étapes de chauffe comprises entre 67 et 490°C par paliers de 20 à 50°C. Les directions obtenues correspondent à une composante magnétique unique et sont cohérentes entre elles (*Figure IV.29.c-d*). Deux ChRMs ont des directions significativement différentes de celle de la moyenne du site (écarts angulaires de 11,6° et 14,0°) et ne sont donc pas utilisées dans le calcul de la direction. Ainsi, 8 ChRMs ont été utilisées pour calculer la direction du paléovecteur avec un  $\alpha_{95}$  de 4,4° (*Figure IV.29.e*).

Les fortes irréversibilités constatées sur les courbes thermomagnétiques ne sont pas favorables à l'expérience de Thellier et Thellier. Néanmoins, les analyses thermomagnétiques partielles nous ont incitées à tenter cette analyse. En effet les analyses thermomagnétiques partielles révèlent que les porteurs d'aimantation ne subissent pas de transformations minéralogiques importantes avant 300°C (IV.B.1.a, *Figure IV.10*).

Les 10 échantillons analysés en Thellier et Thellier fournissent des résultats exploitables. Seul 1 échantillon possède un Cdrat (10,3) légèrement supérieur à ce qu'exige PICRIT-03. Il est néanmoins conservé par cohérence avec les autres. La valeur de paléointensité est donc calculée à partir de 10 échantillons ( $Q_{éch}$  compris entre 8 et 11) et vaut :  $28,5 \pm 1,5 \mu T$  (*Figure IV.29.f-g*). L'intervalle de température sur lequel a été obtenue l'intensité d'aimantation ne dépasse pas les 260°C. D'après les analyses thermomagnétiques partielles, très peu de transformations minéralogiques ont eu lieu avant cette température. L'intensité magnétique obtenue pour le site RGC07 reflète donc bien celle enregistrée par la lave lors de son refroidissement.

Le site RGC07 est l'un des sites analysés pour lequel les échantillons fournissent les résultats de paléointensité les plus cohérents. En effet, l'écart type obtenu sur ces derniers est d'à peine 1,5  $\mu T$  sur 10 valeurs (seul le site RGC10 fait mieux avec un écart type de 1,3  $\mu T$ ). Ce site illustre ainsi l'importance de prendre le temps d'effectuer 1 à 2 chauffes partielles lorsque des courbes thermomagnétiques montrent de grandes transformations minéralogiques. Cela évite ainsi de rejeter intégralement un site pouvant potentiellement fournir des résultats de paléointensité très cohérents.

En prime, nous constatons que ce site possède une taille de grain moyenne relativement variable, bien que restant comprise dans le domaine des PSD (IV.B.1.b, *Figure IV.11*). Ceci ne semble pas perturber l'enregistrement de l'intensité magnétique, puisque les valeurs obtenues sont très cohérentes à l'échelle du site.

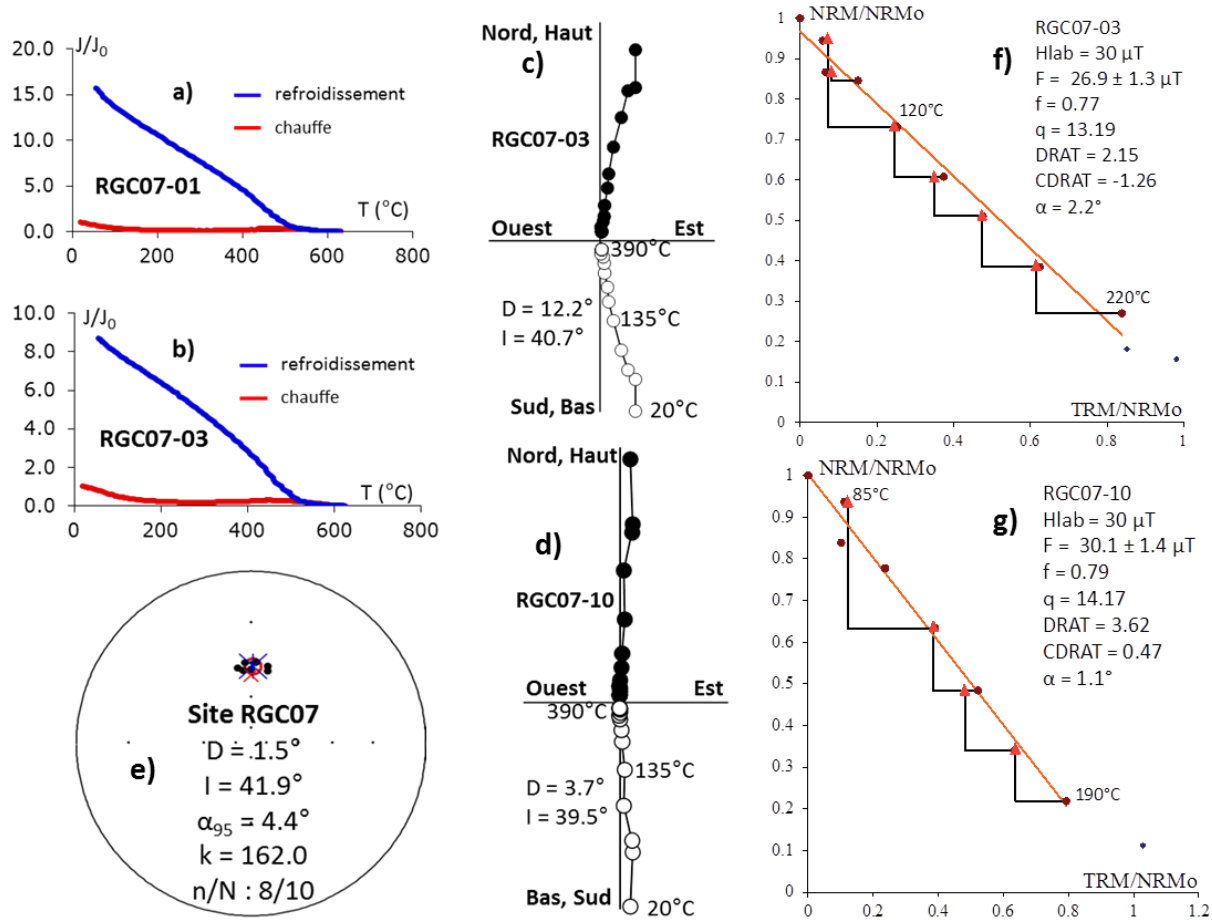


Figure IV.29 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC07.



## Site RGC 08

Les analyses thermomagnétiques révèlent une composition assez homogène de type titanomagnétite de composition variable mais globalement pauvre en titane et relativement peu affectée par chauffage (*Figure IV.30.a-b*). La désaimantation thermique a été effectuée sur l'ensemble des 15 échantillons, entre 100 et un maximum de 555°C et par paliers de 10 à 50°C (*Figure IV.30.c-d*). Les profils montrent une perte plus régulière de l'aimantation que lors des analyses thermomagnétiques. Les ChRMs obtenues sont monodirectionnelles et cohérentes entre elles. Trois directions présentant un écart angulaire trop grand ( $5,3^\circ$  -  $11,4^\circ$  -  $15,1^\circ$ ) avec la moyenne du site et elles ont été rejetées. La paléodirection du site a ainsi été calculée en moyennant 12 valeurs, et avec un  $\alpha_{95}$  de  $2,1^\circ$  (*Figure IV.30.e*). L'analyse de paléointensité, réalisée sur la base de ces résultats préliminaires, a été effectuée sur 14 échantillons (seul l'échantillon possédant un écart angulaire de  $15,1^\circ$  n'a pas été analysé car sa direction est beaucoup trop éloignée de celle des autres échantillons). Neuf des échantillons analysés fournissent un résultat exploitable. Parmi ces derniers, 4 possèdent des Drat (7,6 - 8,0 - 10,0 - 10,7) et/ou Cdrat (10,9 et 15,9) supérieurs aux valeurs maximales fixées par PICRIT-03. Ces échantillons sont néanmoins conservés par cohérence avec les 5 autres. Sur l'ensemble de ces 9 échantillons, 1 affiche une valeur nettement supérieure ( $29 \mu\text{T}$ ) au reste du site (environ  $16 \mu\text{T}$ ). Cette valeur n'est donc pas conservée. La valeur de paléointensité de ce site est calculée à partir de 8 échantillons ( $Q_{\text{éch}}$  compris entre 7 et 11 pour ceux respectant PICRIT-03) et vaut :  $16,2 \pm 2,7 \mu\text{T}$  (*Figure IV.30.f-g*).

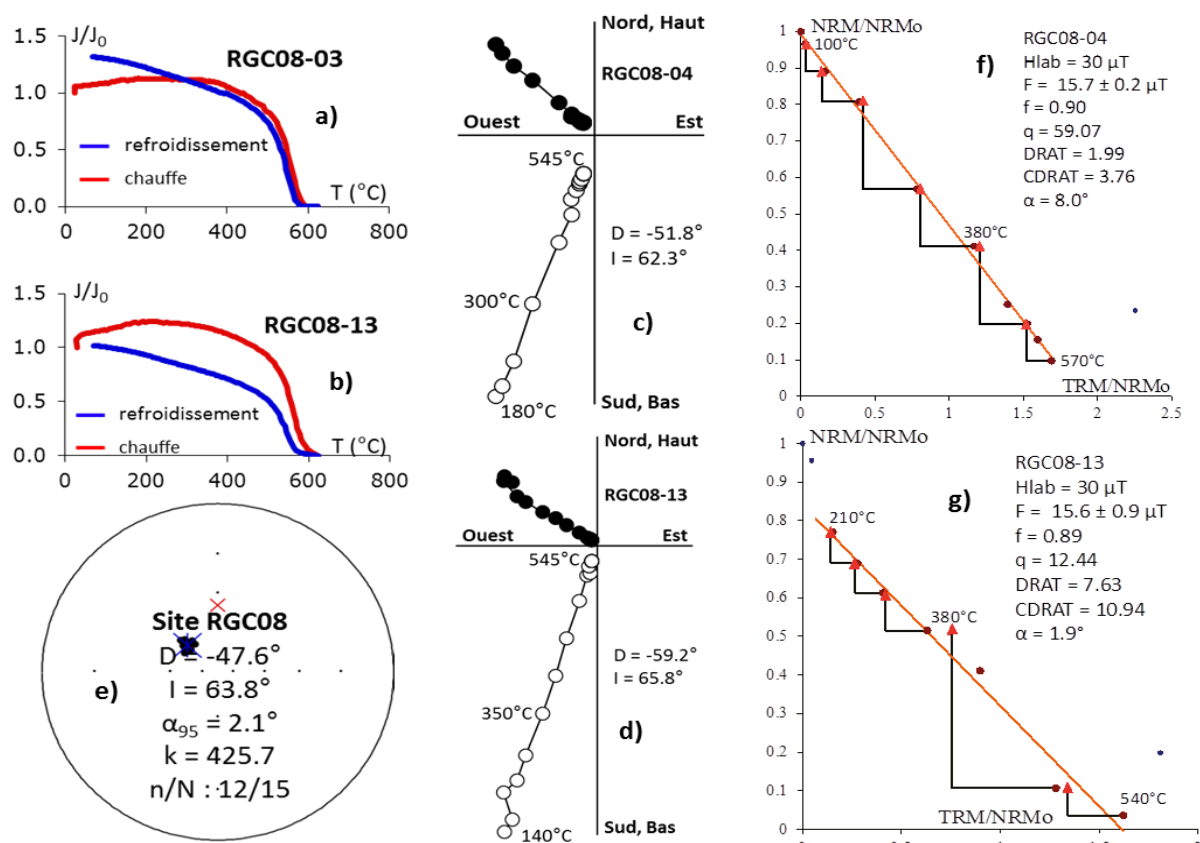


Figure IV.30 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC08.



## Site RGC09

Les analyses thermomagnétiques montrent des courbes de type HTBT supposer que les porteurs d'aimantation contenus dans cette coulée sont des titanomagnétites avec une teneur moyenne en titane. L'effet de la chauffe sur les porteurs d'aimantation est variable (*Figure IV.31.a-b-c*). Les désaimantations thermiques, effectuées sur 12 échantillons, ont été réalisées entre 67 et 525°C par paliers de 15 à 50°C. Les profils thermiques obtenus sont dans l'ensemble cohérents avec ceux fournis par les courbes thermomagnétiques. Une seule des 12 carottes analysées présente une aimantation multicomposante. Pour les autres carottes, les ChRMs fournissent des directions stables et cohérentes entre elles (*Figure IV.31.d*), sauf une montrant un écart angulaire trop important (37,6°) avec la moyenne du site et donc rejetée. La direction du paléovecteur est ainsi moyennée sur les valeurs des directions de 10 ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 4,4° (*Figure IV.31.e*). L'analyse de Thellier et Thellier a été effectuée sur les 10 échantillons retenus pour calculer la paléodirection, et a été menée sur la base des mêmes paliers thermiques que la désaimantation. Un seul des 10 échantillons analysés fourni un diagramme est non exploitable. Parmi les 9 restants, 1 possède un Drat légèrement trop élevé (7,4) par rapports aux exigences de PICRIT-03. Il est néanmoins conservé par cohérence avec les 8 échantillons restants. Ces 9 carottes (pour lesquelles  $Q_{éch}$  sont compris entre 7 et 11 pour celles respectant PICRIT-03) permettent ainsi d'obtenir la valeur de la paléointensité du site :  $27,0 \pm 4,7 \mu T$  (*Figure IV.31.f-g*).

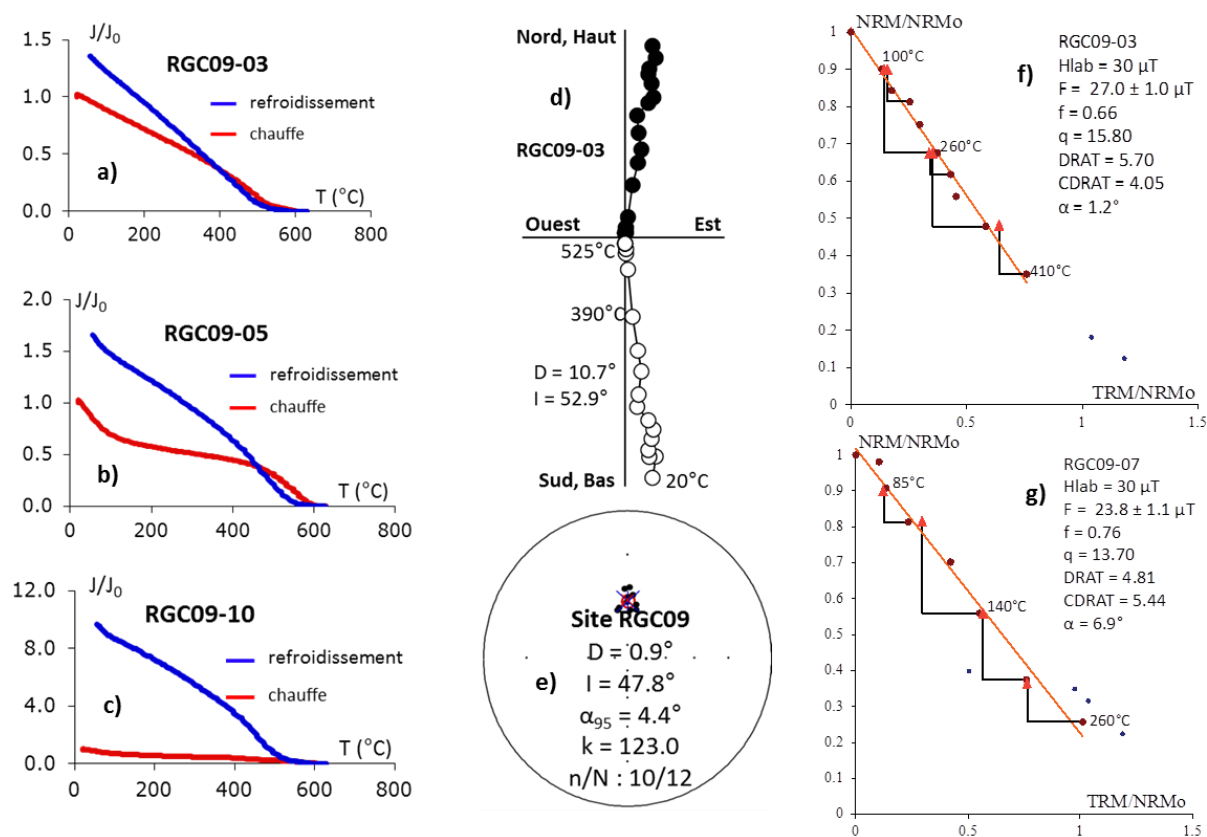


Figure IV.31 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC09.

## Site RGC10

Les analyses thermomagnétiques sont relativement homogènes sur l'ensemble du site et principalement de type HT. Elles révèlent une composition du type titanomagnétite pauvre en titane et s'altérant peu lors de la chauffe (*Figure IV.32.a-b*). Seule une des 8 carottes semble posséder des titanomagnétites un peu plus riches en titane. Les désaimantations thermiques ont été réalisées sur 8 échantillons entre 105 et 520°C, par paliers de 10 à 50°C. Les profils thermiques obtenus sont également de type HT. Les 8 ChRMs obtenues possèdent des directions très cohérentes entre elles et révèlent la présence d'une seule composante magnétique rémanente (*Figure IV.32.c-d*). Elles ont ainsi été moyennées pour calculer la direction du paléovecteur du site avec un  $\alpha_{95}$  de  $3,1^\circ$  (*Figure IV.32.e*). L'analyse de Thellier et Thellier a été guidée dans ses étapes de chauffe par la désaimantation thermique. Un des 7 échantillons analysés s'est avéré fournir des résultats inexploitable. Parmi les 6 échantillons restant, 1 présente un  $\alpha$  de plus de  $15^\circ$  et est donc rejeté. Les autres échantillons passent l'ensemble des critères de PICRIT-03 et fournissent des valeurs de paléointensité très cohérentes. La valeur de paléointensité de ce site est donc obtenue à partir de 5 échantillons (pour lesquels  $Q_{\text{éch}}$  est compris entre 7 et 9) et vaut :  $35,9 \pm 1,3 \mu\text{T}$  (*Figure IV.32.f-g*).

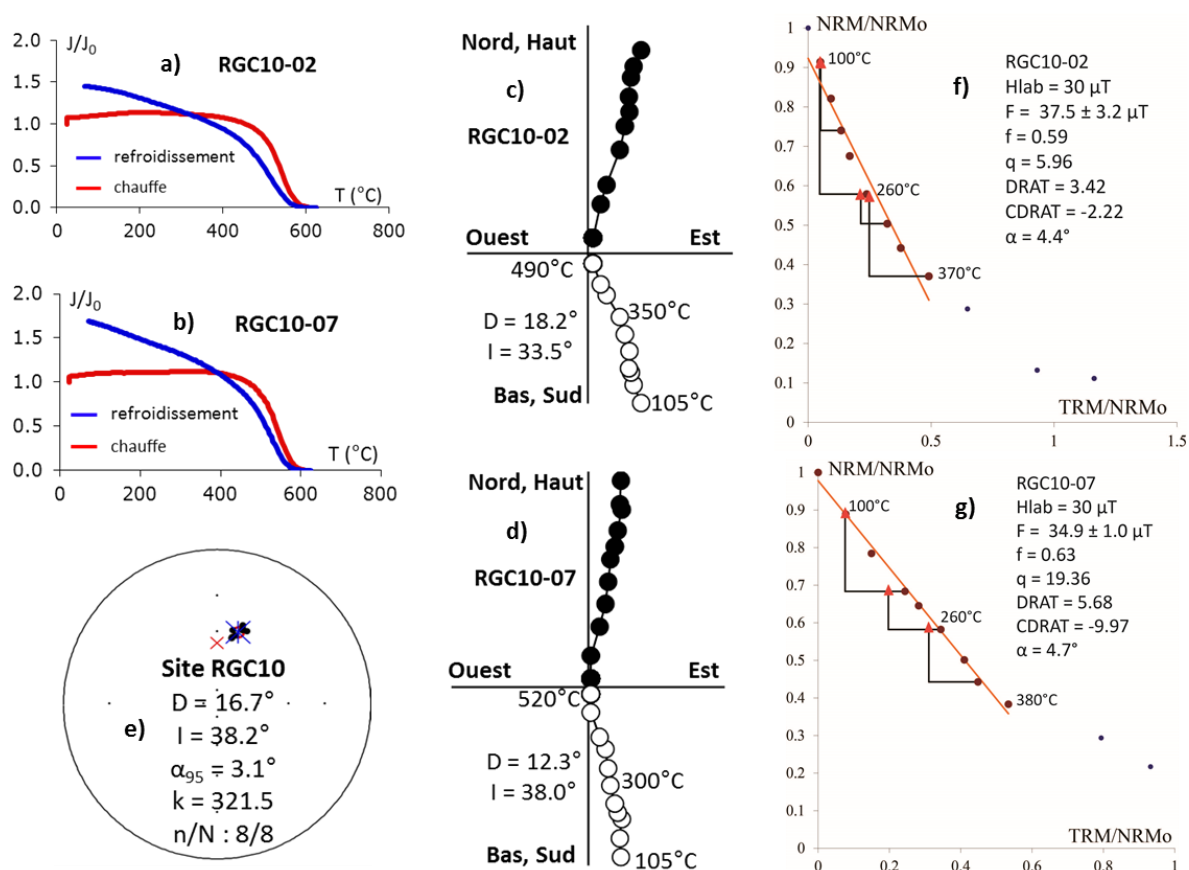


Figure IV.32 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC10.

#### IV.B.1.f) Stabilité de l'aimantation à l'échelle géologique

Comme expliqué dans le Chapitre III, l'aimantation enregistrée par une lave est susceptible de changer au cours du temps. Afin de vérifier si l'aimantation mesurée dans les laves canariennes est stable sur notre fenêtre d'étude, nous avons procédé à une estimation du temps de relaxation ( $\tau$ ) de ces laves en prenant le cas d'une magnétite possédant une taille de grain moyen de quelques dizaines de nm. Les paramètres physiques de ce minéral sont présentés dans le *Table IV.18*.

*Table IV.18 : Paramètres physiques de la magnétite utiles au calcul du temps de relaxation.*

	$J_s$ (Am <sup>2</sup> kg <sup>-1</sup> )	hc (mT)	densité (kgm <sup>-3</sup> )
Magnétite	92 (b)	Valeur moyenne constatés pour échantillons canariens : 15	5197 (a)
	(a) Dunlop and Özdemir (1997)	(b) O'Reilly (1984)	

D'après les désaimantations thermiques, la température de déblocage la plus basse pour les échantillons canariens est supérieure à 300°C pour des chauffes durant environ une heure. L'équation du temps de relaxation (équation 3) nous indique que des magnétites monodomaines (<1µm mais plus grosses que les nano-grains super-paramagnétiques) qui se désaimantant à 300°C en une heure (équation 1) restent stables pendant plusieurs millions d'années à 20°C (équation 2).

$$(1) \tau_{UB} = \frac{1}{C} \exp\left(\frac{vdh_c J_s}{2kT(300^\circ C)}\right) \quad (2) \tau = \frac{1}{C} \exp\left(\frac{vdh_c J_s}{2kT(20^\circ C)}\right)$$

En divisant (2) par (1) on obtient le temps de relaxation  $\tau$  (équation (3)) en seconde qu'on pourra ensuite convertir en année :

$$\tau = \tau_{UB} \exp\left(\frac{vdh_c J_s}{2k} * \left(\frac{1}{T(20^\circ C)} - \frac{1}{T(300^\circ C)}\right)\right) \quad (3)$$

Avec :  $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2 \text{ kg s}^{-2} \text{ K}^{-1}$

La minéralogie réelle des échantillons canariens est sans doute plus complexe que ce que nous indique le calcul théorique ci-dessus mais comme les âges radiométriques des sites canariens ne dépassent pas  $2,82 \cdot 10^5$  ans, leur aimantation est considérée comme stable sur l'échelle de temps considérée.

#### IV.B.1.f) Synthèse des informations pour les Iles Canaries

Les âges, directions, et intensités de chaque site canarien sont synthétisés dans le *Table IV.19* ci-dessous.

*Table IV.19 : Synthèse des âges, directions et paléointensités des sites canariens.*

Site	Déclinaison moyenne (°)	Inclinaison moyenne (°)	$\alpha_{95}$ (°)	Intensité ( $\mu\text{T}$ )	Erreur intensité ( $\mu\text{T}$ )	VADM ( $10^{22}\text{Am}^2$ )	erreur VADM ( $10^{22}\text{Am}^2$ )	Age (ka)	Erreur âge (ka)
TT56	7.3	68.8	2.7	50.4	8.1	10.2	1.6	178 <sup>a</sup>	4
TT57	0.4	52.6	6.9					198 <sup>b</sup>	8
RGC01	-7.6	39.4	3.0					276 <sup>a</sup>	6
RGC02	-29.5	30.3	5.7					219 <sup>a</sup>	5
RGC03	-5.6	24.2	2.3	32.4	6.4	6.6	1.1	85 <sup>a</sup>	6
RGC04	-18.9	32.4	4.2	30.8	5.3	6.2	0.9	153 <sup>a</sup>	4
RGC07	1.5	41.9	4.4	28.5	1.5	5.8	0.3	48 <sup>a</sup>	3
RGC08	-47.6	63.8	2.1	16.2	2.7	3.3	0.5	154 <sup>a</sup>	3
RGC09	0.9	47.8	4.4	27.0	4.7	5.5	0.8	60 <sup>b</sup>	2
RGC10	16.7	38.2	3.1	35.9	1.3	7.3	0.2	106 <sup>b</sup>	11
LPR01	-19.8	44.2	3.5	26.8	2.8	5.4	0.6	27 <sup>b</sup>	1
LPR02								45 <sup>c</sup>	3
LPR03	-22.7	58.4	3.5	44.1	3.5	8.9	0.7	25 <sup>a</sup>	1
LPR04	4.6	37.5	2.7	27.3	3.9	5.5	0.7	34 <sup>a</sup>	1
LPR05	-4.4	63.3	6.1	48.7	5.9	9.8	1.1	56 <sup>c</sup>	3
LPR06	-10.1	37.1	5.6	23.9		4.8		120 <sup>a</sup>	2
LPR08	4.5	48.5	3.6	38.5	5.5	7.2	1.0	123 <sup>a</sup>	3
LPR09	-20.3	38.4	2.0	42.3	7.1	8.5	1.3	1.949	0

<sup>a</sup> : âge couplé    <sup>b</sup> : âge K-Ar    <sup>c</sup> : âge  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

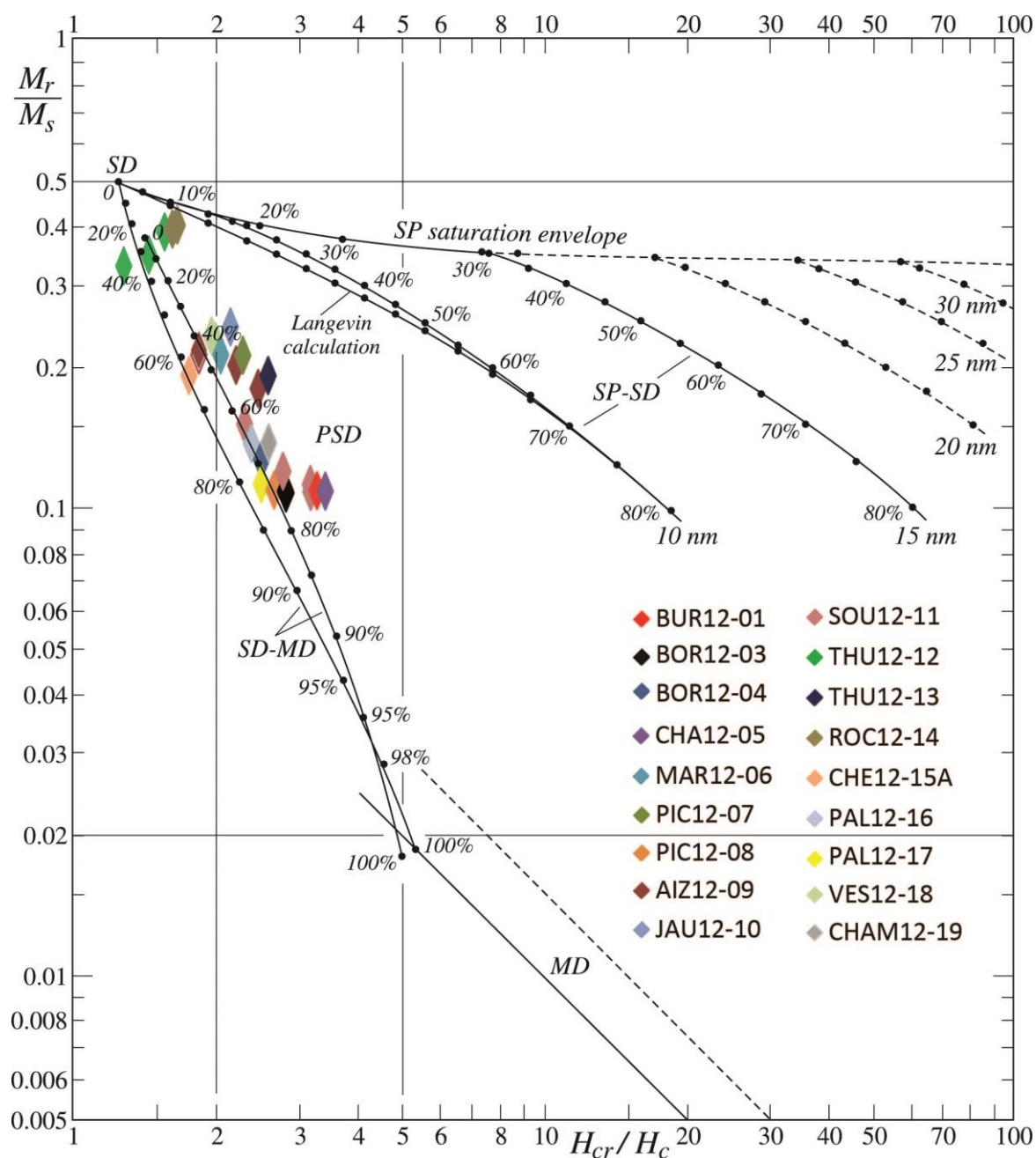
#### IV.B.2) Résultats paléomagnétiques des sites ardéchois

##### IV.B.2.a) Minéralogie magnétique

Pour les sites ardéchois, peu d'analyses thermomagnétiques ont été effectuées par site (2-3) pour fournir une conclusion sur l'homogénéité/hétérogénéité de la minéralogie magnétique au sein de chaque coulée. Seuls les sites AIZ12-09 (BT) et PIC12-08 (HTBT) ont été intégralement analysés. Pour les autres, la minéralogie magnétique a été jugée sur la base des spectres thermiques obtenus en désaimantation thermique.

Des cycles d'hystérésis ont été effectués pour un à 5 échantillons par site. Dix-huit des vingt sites prélevés ont été analysés. Les sites BUR12-02 et CHE12-15B n'ont pas été analysés car le premier n'a pas été prélevé lors de l'échantillonnage magnétique, et les observations microscopiques ont révélé une mésostase altérée pour le deuxième. Les

paramètres mesurés par les cycles d'Hystérésis sont reportés sur le diagramme de *Dunlop (2002)* de la magnétite (*Figure IV.33*).



*Figure IV.33* : Diagramme  $M_r/M_s$  en fonction de  $H_{cr}/H_c$  pour les échantillons d'Ardèche selon les critères de Dunlop (2002) pour la magnétite.

De l'analyse de la *Figure IV.33* il ressort que les échantillons ardéchois ont des valeurs de tailles de grains moyennes plaçant ces derniers parmi les PSD.

#### **IV.B.2.b) Généralité sur les résultats magnétiques ardéchois**

##### **IV.B.2.b.1) Désaimantations thermiques des sites ardéchois**

Cent-quinze échantillons ardéchois ont été désaimantés. Le nombre d'étapes effectuées varie sensiblement d'un site à l'autre, mais est globalement compris entre 10 et 20.

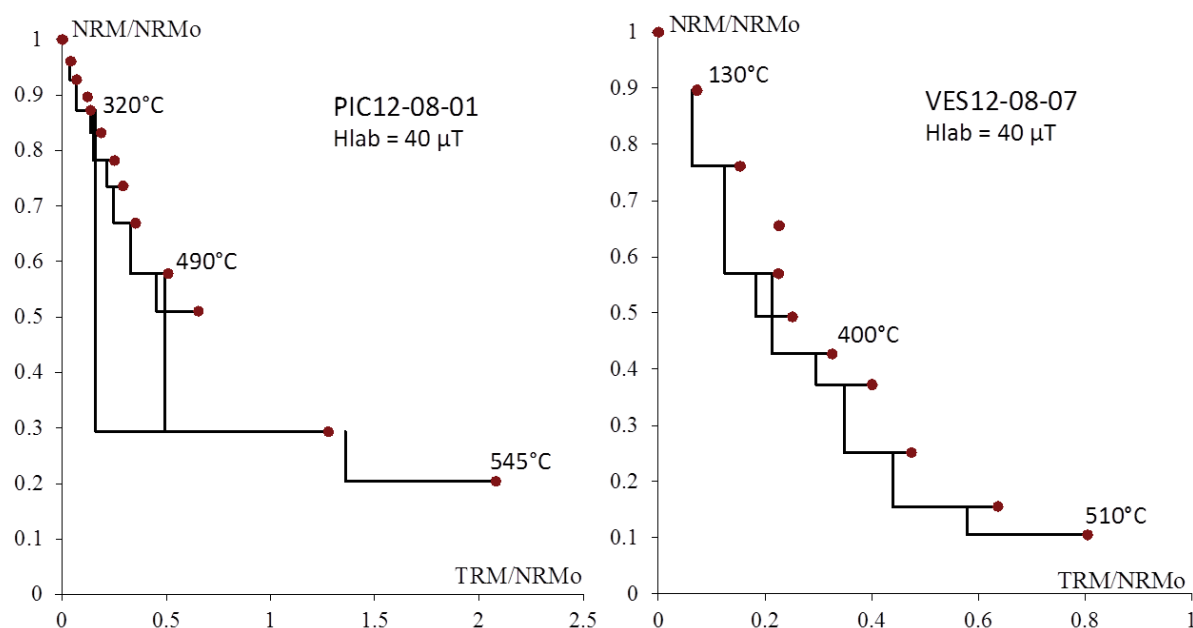
Les directions de chaque carotte sont obtenues avec une bonne précision puisque 96 des 100 ChRMs déterminées possèdent un  $MAD \leq 4^\circ$ , 3 sont entre  $4$  et  $6^\circ$  et seulement 1 ChRM a un  $MAD > 6^\circ$  ( $6,1^\circ$ ). Quelques aimantations visqueuses sont notables à basses températures pour environ pour 20 % des carottes. Comme pour les échantillons canariens, ces aimantations visqueuses sont détruites à basse température et ne nuisent pas à la détermination des paléodirections. Des grands cercles, témoignant de plusieurs aimantations dont les spectres thermiques se superposent, ont été observés pour environ 30 % des échantillons (dont la totalité du site PAL12-16, soit 10 échantillons).

Comme pour les échantillons canariens, la différence de profil thermique entre carottes d'une même coulée n'a aucune d'influence sur l'enregistrement de la direction d'aimantation des carottes (voir les sites BUR 12-01 et CHE12-05 en IV.B.2.c). Donc, les profils HTBT ne sont pas le reflet d'une superposition de plusieurs aimantations rémanentes.

Le résultat directionnel à l'échelle d'un site calculé par statistique de Fisher (Chapitre III) est présenté sous forme de stéréogramme indiquant la déclinaison, l'inclinaison, le  $\alpha_{95}$ ,  $k$  et le rapport  $n/N$  (nombre d'échantillons pour lesquels la direction de la ChRM a pu être déterminée de façon fiable/nombre total d'échantillons analysés). Sur ces stéréogrammes la croix bleue représente la direction d'aimantation moyenne du site, la croix rouge illustre la direction d'aimantation correspondant au GAD, et un contour rouge illustre la valeur du  $\alpha_{95}$ .

##### **IV.B.2.b.2) Paléointensité des échantillons ardéchois**

L'analyse de la minéralogie magnétique révèle que la taille moyenne des grains se situe parmi les PSD (IV.B.2.a, *Figure IV.33*). Les désaimantations thermiques révèlent que la majeure partie des échantillons ne possède qu'une seule composante magnétique rémanente. Sur la base de ces résultats, l'expérience de Thellier et Thellier a été menée pour quelques échantillons ardéchois. Cette dernière n'a malheureusement pas fourni de résultats exploitables : profils hyperboliques (principalement), ou non-respect des critères de PICRIT-03 (*Figure IV.34*).



*Figure IV.34 : Illustration de 2 résultats de paléointensité pour les échantillons d'Ardèche.*

Nous n'avons donc pas mené d'expérience de paléointensité plus approfondie sur les sites ardéchois pour deux raisons:

- L'obtention de résultats non interprétables suite aux premières analyses de Thellier et Thellier.
- L'incertitude des âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . En effet seuls les sites BOR12-03 et BOR12-04 ont des incertitudes inférieures à 11%. Pour les autres sites, les âges plateaux obtenus ont des barres d'erreur comprises entre 21 et 75%, ce qui n'est pas compatible avec l'obtention de points d'ancrage précisément définis.

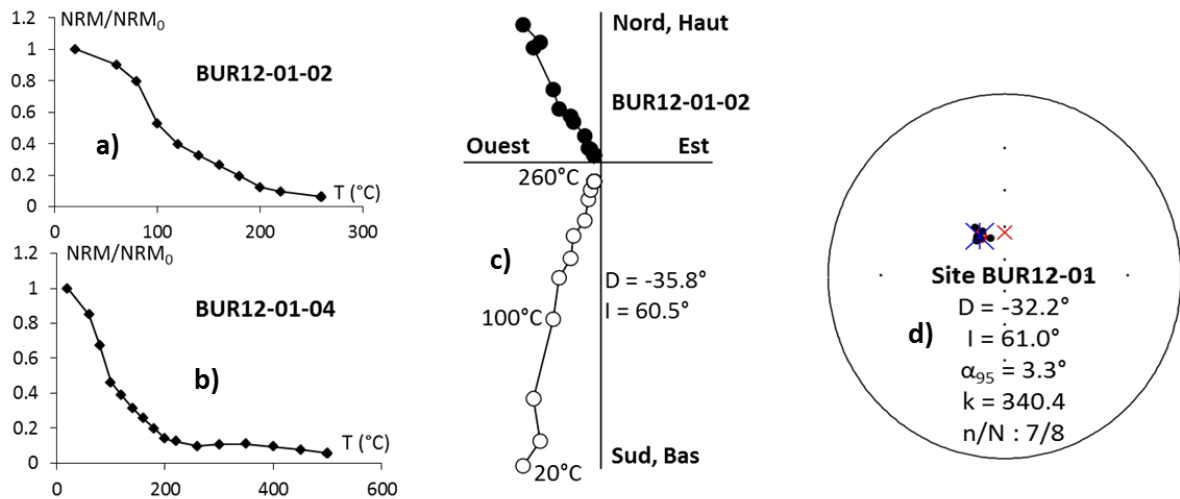
Si ces laves ne répondent pas aux critères nécessaires pour fournir des couples âges/paléointensité, elles ont en revanche fourni des directions d'aimantation stables dont nous nous servirons en comparaison avec les âges obtenus (voir Chapitre V). Ci-dessous, ce sont donc les résultats de minéralogie et de désaimantation thermique qui sont reportés site par site.

#### **IV.B.2.c) Résultats propres à chaque site ardéchois**

##### **Site BUR12-01**

La désaimantation thermique a été effectuée entre 60 et 530°C, par paliers de 20 à 50°C. Cinq des huit échantillons analysés présentent un profil BT (*Figure IV.35.a*). Les 3 autres sont HTBT et perdent entre 80 et 90% de leur aimantation avant 200°C (*Figure*

IV.35.b). Le seul échantillon pour lequel désaimantation thermique et courbe thermomagnétique ont été effectuées montre des profils de décroissance BT similaires pour ces 2 expériences. Les 8 échantillons analysés fournissent chacun une ChRM représentative d'une aimantation ne possédant qu'une seule composante (*Figure IV.35.c*). Un des échantillons n'est pas conservé car il présente un écart angulaire ( $15,6^\circ$ ) trop important avec la moyenne du site. La direction du paléovecteur du site est donc obtenue en moyennant 7 valeurs et est calculée avec un  $\alpha_{95}$  de  $3,3^\circ$  (*Figure IV.35.d*).



*Figure IV.35 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site BUR12-01.*

#### Site BOR12-04

La désaimantation thermique a été effectuée entre 60 et 500°C, par paliers de 20 à 50°C. Elle fournit des profils de décroissance d'aimantation principalement HTBT (8) (*Figure IV.36.a*). Deux échantillons présentent des profils plus BT (*Figure IV.36.b*). Quatre échantillons présentent des grands cercles (*Figure IV.36.c*). Les 6 autres reflètent une seule composante dans l'aimantation rémanente (maximums angulaires de déviation compris entre  $1,3$  et  $2,3^\circ$ ), néanmoins ils présentent des directions trop différentes pour pouvoir définir précisément celle du site (*Figure IV.36.d*). La paléodirection est donc obtenue grâce au point de convergence des grands cercles (*Figure IV.36.e*).



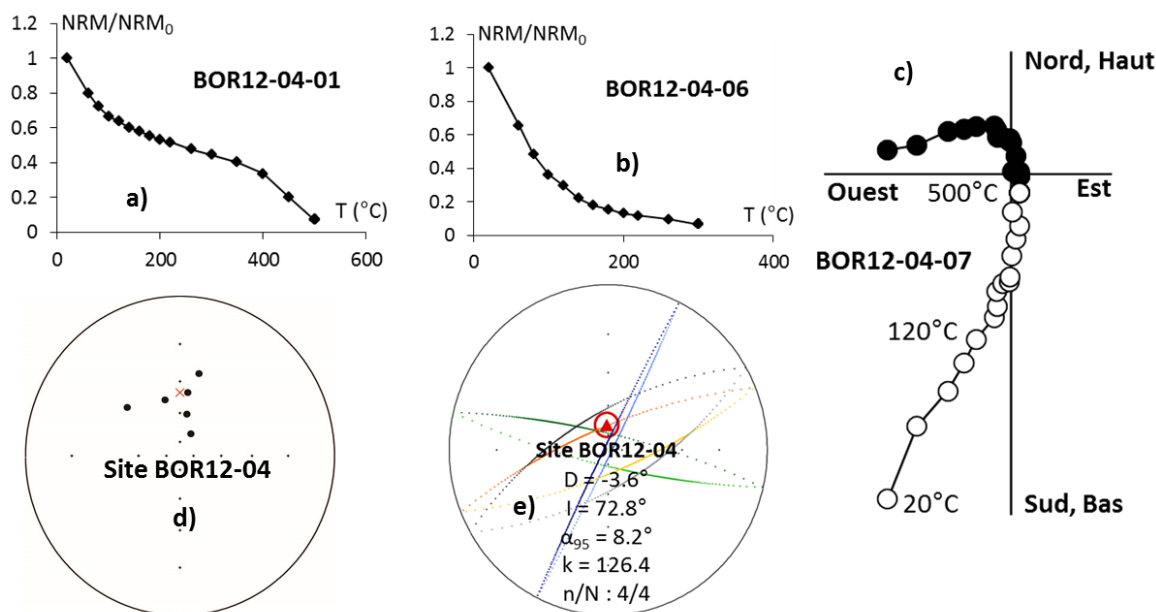


Figure IV.36 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site BOR12-04.

### Site CHA12-05

La désaimantation thermique a été effectuée entre 60 et 450°C, par paliers de 20 à 50°C. Elle fournit des profils de décroissance d'aimantation HTBT (6) et BT (4) (Figure IV.37.a-b). Les échantillons de types HTBT perdent 80 à 90% de leur aimantation avant 200°C. Les 2 analyses thermomagnétiques effectuées fournissent des profils identiques à ceux obtenus sur les mêmes carottes par désaimantation thermique. Les 10 ChRMs obtenues reflètent une aimantation rémanente mono-composante (Figure IV.37.c), dont la direction est cohérente pour l'ensemble des échantillons. Ces 10 ChRMs ont ainsi été moyennées pour calculer la direction du paléovecteur du site avec un  $\alpha_{95}$  de 2,5° (Figure IV.37.d). La direction moyenne obtenue est très proche de celle du GAD.

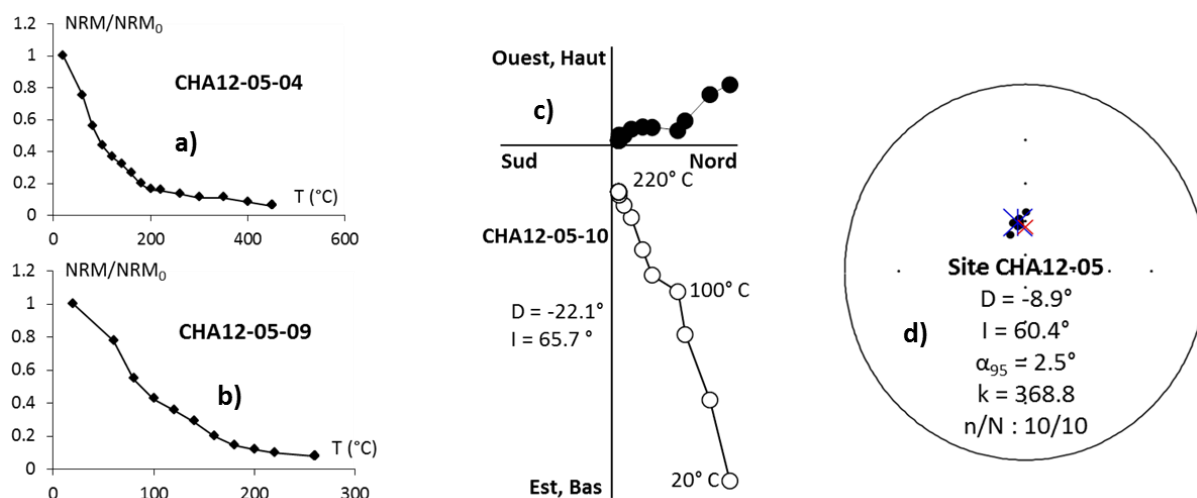
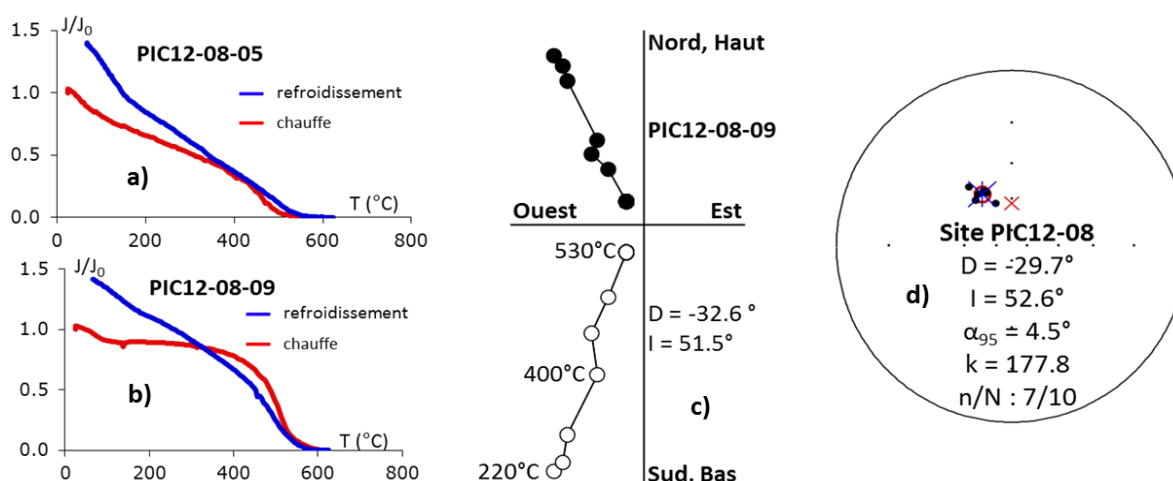


Figure IV.37 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site CHE12-05.

## PIC12-08

Les 10 analyses thermomagnétiques révèlent une composition de type titanomagnétite à teneur en titane moyenne à faible. Les porteurs d'aimantation semblent relativement peu affectés par un cycle de chauffe-refroidissement (*Figure IV.38.a-b*). La désaimantation thermique a été effectuée en 60 et 500°C par paliers de 20 à 50°C. Les profils thermiques sont cohérents avec ceux obtenus par les analyses thermomagnétiques, même si pour certains échantillons la perte d'aimantation rémanente est légèrement plus rapide (surtout à basse température). Sur les 10 échantillons analysés, 1 s'apparente à un grand cercle. Parmi les 9 ChRMs exploitables (*Figure IV.38.c*), 2 sont rejetées en raison de directions trop différentes de la moyenne du site (écarts angulaires 21° et 62°). La paléodirection du site est obtenue en moyennant les directions de 7 ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 4,5° (*Figure IV.38.d*).



*Figure IV.38 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site PIC12-08.*

## AIZ12-09

Les 10 analyses thermomagnétiques révèlent une composition homogène de titanomagnétite riche en titane (profils BT). Les porteurs d'aimantation sont également affectés par un cycle de chauffe refroidissement (*Figure IV.39.a-b*). La désaimantation thermique a été effectuée sur chaque échantillon. Les étapes de chauffes sont comprises en 60 et 500°C et séparées de 20 à 50°C. Les profils thermiques sont légèrement différents de ceux obtenus par les analyses thermomagnétiques. En effet, malgré une baisse rapide l'aimantation à basse température, aucun échantillon ne perd son aimantation à 200°C. L'aimantation est perdue en moyenne vers 300°C et résiste parfois jusqu'à 500°C. Chacun des 10 échantillons permet d'obtenir une ChRM (*Figure IV.39.c*). Une ChRM est rejetée en raison d'une direction trop différente de la direction moyenne du site (écart angulaire de 24,7°). Les 9 ChRMs restantes possèdent des directions d'aimantation très cohérente

permettant de définir la paléodirection du site avec un  $\alpha_{95}$  de  $3,1^\circ$  (Figure IV.39.d). La direction moyenne est ici significativement déviée par rapport à celle du GAD (écart angulaire de  $26^\circ$ ).

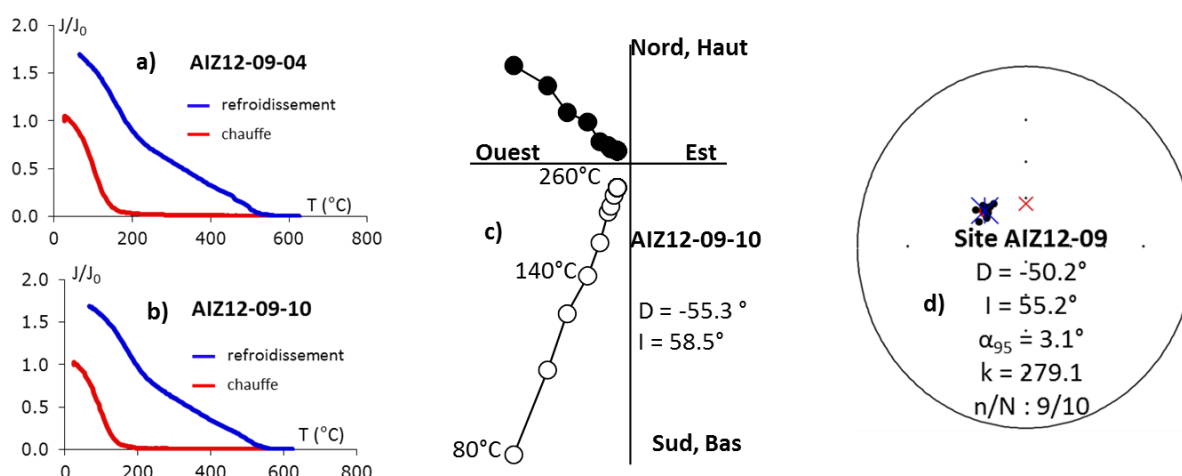


Figure IV.39 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site AI12-09.

### Site SOU12-11

Les 5 analyses thermomagnétiques effectuées révèlent une composition relativement homogène en titanomagnétite moyennement riche en titane. Les porteurs de l'aimantation semblent légèrement affectés par un cycle chauffe-refroidissement (Figure IV.40.a-b). Chaque échantillon a été analysé en désaimantation thermique, soit 10 au total. Les profils obtenus sont cohérents avec ceux des analyses thermomagnétiques, bien que perdant une plus grande partie de leur aimantation à basse température. La désaimantation thermique a été effectuée de 60 à  $450^\circ\text{C}$ , par paliers de 20 à  $50^\circ\text{C}$ . Les ChRM obtenues sont stables (Figure IV.40.c) et possèdent des directions cohérentes entre elles, à l'exception d'une dont la direction de la ChRM est trop éloignée de la moyenne du site (écart angulaire de  $19,8^\circ$ ). Elle est donc rejetée. La paléodirection de ce site est obtenue avec un  $\alpha_{95}$  de  $3,8^\circ$  en moyennant les directions de 9 ChRMs (Figure IV.40.d).

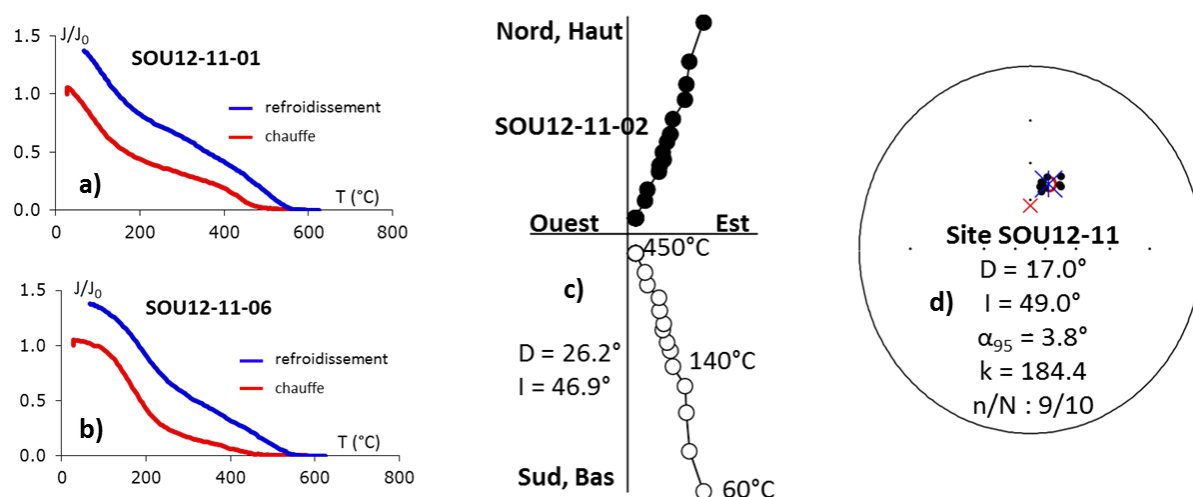


Figure IV.40 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site SOU12-11.

### Site THU12-12

La désaimantation thermique a été effectuée entre 60 et 570°C par paliers de 20° à 50°C. Les profils obtenus sont principalement HTBT (9 échantillons), à l'exception de 1 présentant un profil BT (Figure IV.41.a-b). Les 10 ChRMs obtenues sont stables et cohérentes entre elles (Figure IV.41.c). Seul un échantillon a été rejeté car la direction de sa ChRM est trop éloignée de la moyenne du site (écart angulaire de 15,7°). La paléodirection du site est obtenue avec un  $\alpha_{95}$  de 2,5° en moyennant les directions de 9 ChRMs (Figure IV.41.d).

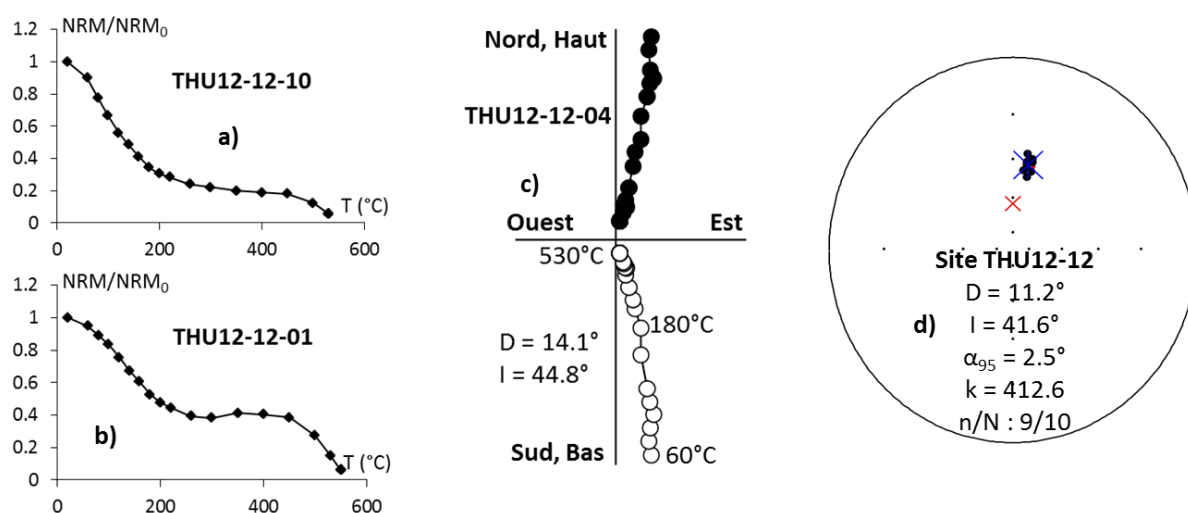


Figure IV.41 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site THU12-12.

### Site ROC12-14

Les 2 analyses thermomagnétiques révèlent des profils de type BT (*Figure IV.42.a-b*). Pour ces 2 carottes, les profils thermiques sont très cohérents avec ceux obtenus par désaimantation thermique puisque les 8 profils obtenus par désaimantation sont BT. La désaimantation thermique a été effectuée entre 60 et 220°C, par paliers constants de 20°C. Elle a permis d'obtenir des ChRMs dont les directions reflètent la présence d'une seule composante magnétique rémanente (*Figure IV.42.c*) et sont relativement cohérentes entre elles. Trois ChRMs ne sont pas utilisées dans le calcul de la paléodirection car leurs directions sont trop éloignées de celle de la moyenne du site (écarts angulaires de 16,1°, 17°, et 20,6°). La paléodirection du site est obtenue en moyennant les directions de 5 ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 4,0° (*Figure IV.42.d*).

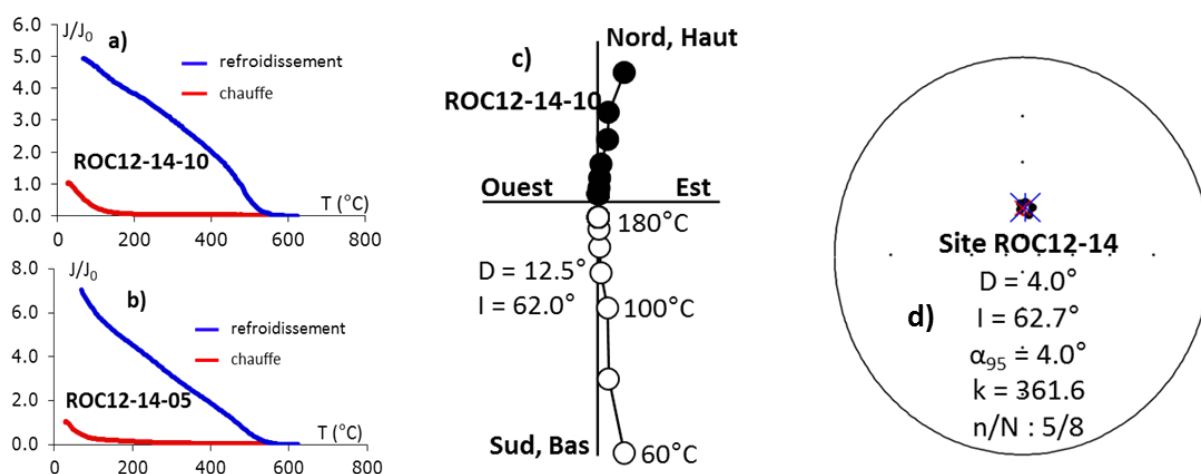


Figure IV.42 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site ROC12-14.

### Site CHE12-15

La désaimantation thermique a été effectuée sur 9 échantillons entre 60 et 530°C par paliers de 20° à 50°C. Les profils obtenus sont principalement BT (6), à l'exception de 3 présentant un profil HTBT (*Figure IV.43.a-b*). Chaque échantillon fournit une ChRM reflétant la présence d'une seule composante magnétique rémanente (*Figure IV.43.c*). Trois ChRMs présentent des directions non cohérentes avec la direction moyenne du site (écarts angulaires de 26,4° - 30,8° et 49,5°). Elles sont donc rejetées. La paléodirection du site est obtenue avec un  $\alpha_{95}$  de 5,0° en moyennant les directions de 6 ChRMs (*Figure IV.43.d*).

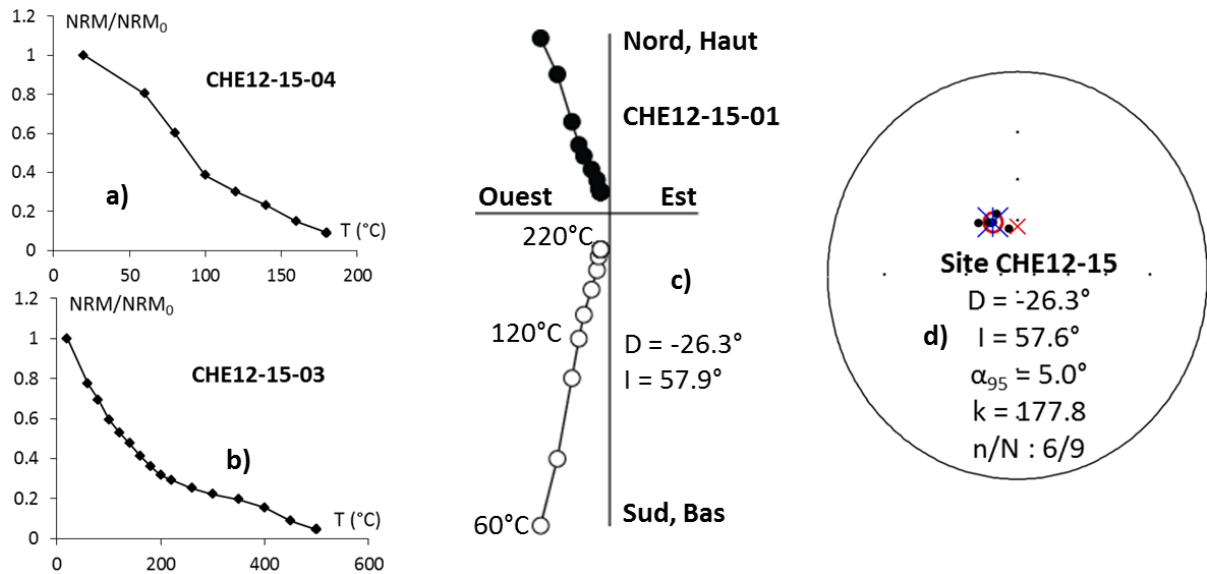


Figure IV.43 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site CHE12-15.

### Site PAL12-16

La désaimantation thermique a été effectuée sur 10 échantillons, entre 60 et 530°C, et par paliers de 20° à 50°C. Les profils obtenus sont BT (6) et HTBT (4) avec une forte perte d'aimantation à basse température (40 à 80 %) de l'aimantation initiale (Figure IV.44.a-b). A l'issu de cette analyse, chaque échantillon présente les caractéristiques directionnelles d'une superposition de plusieurs aimantations rémanentes (Figure IV.44.c). La paléodirection du site est obtenue grâce au point de convergence des différents grands cercles (Figure IV.44.d).

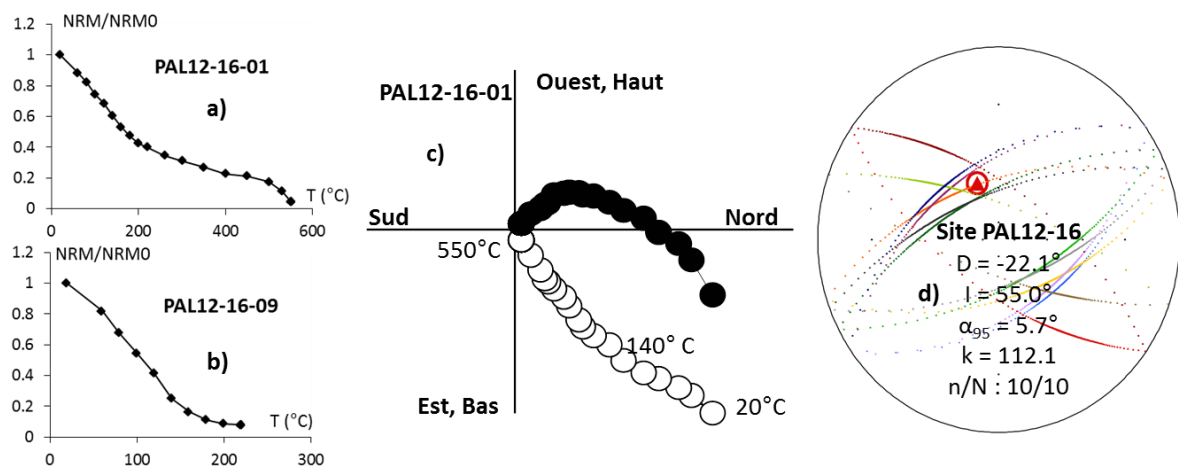
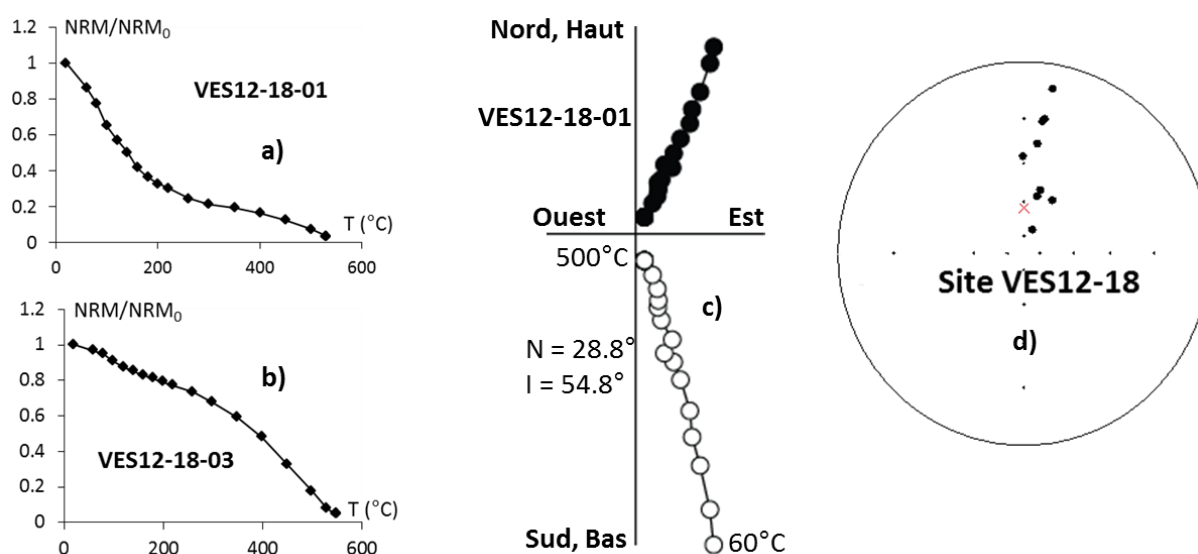


Figure IV.44 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site PAL12-16.

### Site VES12-18

La désaimantation thermique a été effectuée entre 60 et 550°C par paliers de 20° à 50°C. Les profils thermiques sont de types HT (5) et HTBT (5) (*Figure IV.45.a-b*). Pour les 2 carottes analysées en désaimantation thermique et analyse thermomagnétique, les profils obtenus sont cohérents, bien que la décroissance à basse température soit plus importante dans le cas de la désaimantation. Cette analyse fournit 9 directions stables de ChRMs (*Figure IV.45.c*) mais très peu cohérentes entre elles (*Figure IV.45.d*). Aucune direction n'a donc pu être déterminée pour ce site.



*Figure IV.45 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site VES12-18.*

### Site CHAM 12-19

La désaimantation thermique a été effectuée sur 10 échantillons, entre 60 et 450°C maximum, par paliers de 20° à 50°C. Les profils obtenus sont de types BT (4) et HTBT (6) (*Figure IV.46.a-b*). Les 2 analyses thermomagnétiques fournissent profils thermiques cohérents avec ceux obtenus sur les mêmes carottes par désaimantation thermique, avec encore une fois une décroissance à basse température plus importante que dans le cas de la désaimantation. Les directions des ChRMs révèlent la présence d'une seule composante magnétique rémanente (*Figure IV.46.c*) et sont cohérentes à l'échelle du site à l'exception d'un échantillon, rejeté car il possède une direction trop différente de la moyenne du site (écart angulaire de 48,7°). La paléodirection de ce site a ainsi été déterminée en moyennant les directions de 9 ChRMs avec un  $\alpha_{95}$  de 3,6° (*Figure IV.46.d*).

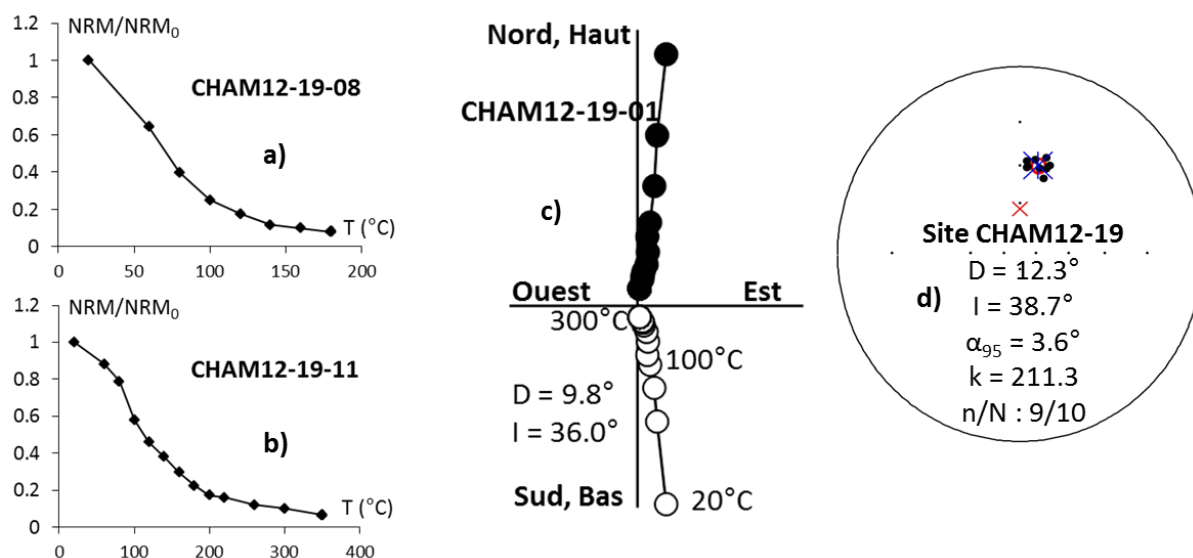


Figure IV.46 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site CHAM12-19.

#### IV.B.2.d) Synthèse des données des sites ardéchois

Les échantillons ardéchois n'ont pas fourni de valeurs de paléointensité. Néanmoins, les directions d'aimantations obtenues sont exploitables et contribuent par la suite à mettre au point la chronologie du volcanisme ardéchois (Chapitre V). Les directions d'aimantation sont synthétisées, conjointement aux âges retenus pour chaque site ardéchois, dans la *Table IV.20*.



Table IV.20 : Directions magnétiques et âges retenus pour les sites ardéchois.

Site	Déclinaison moyenne (°)	Inclinaison moyenne (°)	$\alpha_{95}$ (°)	Age $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (ka)	Erreur âge (ka)
BUR12-01	-32.2	61.0	3.3		
BUR12-02				34	8
BOR12-03				176	20
BOR12-04	-3.6	72.8	8.2	206	13
CHA12-05	-8.9	60.4	2.5		
MAR12-06					
PIC12-07					
PIC12-08	-29.7	52.6	4.5	31	11
AIZ12-09	-50.2	55.2	3.1	28	9
JAU12-10				27	9
SOU12-11	17.0	49.0	3.8	15	11
THU12-12	11.2	41.6	2.5		
THU12-13					
ROC12-14	4.0	62.7	4.0	170	23
CHE12-15A	-26.3	57.6	5.0	25	9
PAL12-16	-22.1	55.0	5.7	33	10
PAL12-17				34	12
VES12-18				26	6
CHAM12-19	12.3	38.7	3.6	19	10

## **Chapitre V : Discussion**

Ce chapitre regroupe l'ensemble des réflexions issues des résultats présentés dans le Chapitre IV. La première partie de ce chapitre s'intéresse au volcanisme ardéchois. Bien qu'il n'ait pas été possible d'obtenir des couples âge-paléointensité pour ce chantier et donc de répondre à la problématique initiale, les résultats géochronologiques obtenus sont exploitables et permettent d'obtenir de nouvelles informations sur cette province volcanique. La seconde partie présente l'apport des couples âge-paléointensité obtenus pour les îles Canaries à la calibration des courbes synthétiques sédimentaires et plus largement des échelles de temps.

### **V.A) Apport des datations K-Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ au volcanisme Ardéchois**

Comme présenté dans la partie IV.A.2, les âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  diffèrent largement. De plus, ces âges ne sont pas forcément cohérents avec ceux obtenus en thermoluminescence par *Guérin et Gillot (2007)*. La chronologie du volcanisme ardéchois se révèle donc complexe d'interprétation. Dans cette partie, nous avons effectué diverses analyses et observations pour comprendre et tenter d'interpréter les différences entre nos âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Les résultats obtenus ont ensuite été mis en parallèle avec certaines informations (chronologiques, géochimiques,...) disponibles sur cette région afin d'affiner la chronologie du volcanisme ardéchois.

#### **V.A.1) Comparaison des divers âges obtenus pour les volcans ardéchois**

Jusqu'à notre étude, la chronologie du volcanisme ardéchois était pour l'essentiel basée sur des âges issus de la thermoluminescence (TL) pour les coulées du Nord et du Sud de cette province volcanique (*Guérin, 1983 ; Guérin et Gillot, 2007*) et par des âges  $^{14}\text{C}$  pour les coulées du Sud, plus récentes (*Berger, 1973 ; Berger et al., 1975 ; Berger, 2007*). A ces âges s'ajoutent aujourd'hui ceux obtenus durant cette thèse par datations K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . L'ensemble des âges disponibles pour les volcans ardéchois est synthétisé dans la *Table V.I*.

*Table V.1 : Comparaison des âges disponibles pour les coulées ardéchoises. Les âges K-Ar,  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et  $^{14}\text{C}$  sont donnés à  $2\sigma$ . Les âges de thermoluminescence (TL) sont donnés à  $1\sigma$ .*

Echantillon	Cette étude			Guérin et al. (2007)	Etudes Berger	Rochette et al. (1993)
	K-Ar (ka)	$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (ka)	p <sub>mag</sub>	TL (ka)	$^{14}\text{C}$ (ka)	Direction paléomagnétique
BUR12-01	139 ± 3		β			β
BUR12-02	102 ± 2	34 ± 8		77.0 ± 9.9 (b)		β
BOR12-03	244 ± 6	176 ± 20		164.0 ± 27.0		γ
BOR12-04	216 ± 8	206 ± 13	γ	164.0 ± 27.0		γ
CHA12-05	241 ± 6		γ			γ
MAR12-06	212 ± 10					γ
PIC12-07	305 ± 10					β
PIC12-08	265 ± 6	31 ± 11	β	83.0 ± 9.2 (b)		β
AIZ12-09	140 ± 8	28 ± 9	β			β
JAU12-10	115 ± 4	27 ± 9		> 35.4 (b)	16.28 ± 0.41 (d)	α
SOU12-11	63 ± 2	15 ± 11	α	< 53.2	11.77 ± 0.27 (c) > 35 (e)	α
THU12-12	37 ± 3		α			α
THU12-13	38 ± 3					α
ROC12-14	191 ± 5	170 ± 23	γ	167.0 ± 18.0		γ
CHE12-15A	199 ± 5	25 ± 9	β			β
PAL12-16	61 ± 3	33 ± 10	β			β
PAL12-17	60 ± 2	34 ± 12				β
VES12-18	44 ± 4	26 ± 6		47.3 ± 5.3 (b)		α
CHAM12-19	44 ± 2	19 ± 10	α		15.1 ± 0.36 (d)	α

(b) Guérin (1983) ; (c) Berger et al. (1975) ; (d) Berger (2007) ; (e) Berger (1981)

L'examen de la *Table V.1* met en avant le peu de coulées datées avant cette étude et l'hétérogénéité des âges obtenus pour une même coulée en fonction de la méthode de datation utilisée. Ainsi, les travaux de *Berger et al. (1975)* portent sur la partie Sud du Bas Vivarais, pour laquelle les datations  $^{14}\text{C}$  font ressortir 2 phases d'activités : l'une entre 12 et 16 ka, et l'autre supérieure à 35 ka. *Rochette et al. (1993)* détectent également 3 phases d'activités volcaniques sur la base d'une étude directionnelle de l'aimantation rémanente des laves ardéchoises. Ces phases sont datées en thermoluminescence dans les travaux de *Guérin (1983)* à 47 et 80 ka pour le Sud, puis estimées à 130 ka pour le Nord sur la base des premiers résultats de l'étude du remplissage du Lac de Saint-Front. *Guérin et Gillot (2007)* reprennent et complètent ces travaux et confirment les 2 phases d'activité volcanique dans le Sud du Bas Vivarais à  $45,4 \pm 3,2$  ka et  $78,8 \pm 5,3$  ka. Ils apportent également une meilleure contrainte sur l'âge de la phase d'activité dans le Nord qu'ils datent par thermoluminescence à  $166 \pm 15$  ka.

Pour la majorité des sites étudiés, il apparaît que les âges K-Ar sont systématiquement plus vieux que les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Seuls les sites BOR12-04 et ROC12-14 font exception. Les analyses K-Ar mettent en évidence 3 phases éruptives aux alentours de 35-60 ka ; 100-140 ka ; et 190-250 ka. Des analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , on ne ressort que 2 phases éruptives dont la plus ancienne correspond aux volcans du Nord datés entre 160-200 ka. Dans le Sud, l'activité volcanique se serait développée durant la période 10-35 ka.

Les données chronologiques reportées dans la *Table V.I* révèlent donc trois problèmes empêchant de bien contraindre la chronologie du volcanisme ardéchois. Le premier est la non-cohérence entre les âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Le second concerne le nombre de phases volcaniques. Le troisième porte sur l'âge de ces phases éruptives puisque, comme le montre la *Table V.I*, leurs âges sont largement variables selon la méthode de datation utilisée.

## **V.A.2) Interprétation des différences d'âges entre les méthodes K-Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$**

### **V.A.2.a) Des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ mieux contraints**

L'utilisation du chronomètre K-Ar repose sur certaines hypothèses (Chapitre II) dont certaines sont implicitement admises ( $^{40}\text{K}$  décroît à un taux constant qui ne dépend pas du système ; le rapport  $^{40}\text{K}/\text{K}_{\text{tot}}$  est constant dans les matériaux naturels). Néanmoins, les méthodes K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  se distinguent quant à la vérification de 2 hypothèses importantes, à savoir l'absence d' $^{40}\text{Ar}^*$  lors de la fermeture du système, et l'évolution en système fermé de ce dernier.

Pour les analyses K-Ar, les échantillons sont fondus en une seule étape et le gaz extrait est analysé dans sa totalité. L'analyse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  par chauffes successives permet quant à elle d'analyser la composition isotopique en Argon du gaz à chaque étape de chauffe. Cette approche expérimentale permet une vérification des hypothèses de base. Le formalisme de l'isochrone ( $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$  en fonction de  $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ ) renseigne sur la composition isotopique en argon lors de la fermeture du système. Dans cette représentation, l'intersection de la droite isochrone avec l'axe  $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$  fournit le rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}_{\text{initial}}$  de l'échantillon. Une valeur  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}_{\text{initial}}$  supérieure à celle du rapport atmosphérique (295,5) témoigne d'un excès d'argon. Les spectres d'âge détaillent l'âge obtenu pour chaque étape de chauffe en fonction du pourcentage d' $^{39}\text{Ar}$  total libéré. Dans le cas d'un échantillon ayant évolué en système clos depuis sa fermeture, K,  $^{40}\text{Ar}^*$ , et  $^{39}\text{Ar}$  sont répartis de manière homogène dans le réseau cristallin. Lors des différents paliers de chauffe, les isotopes  $^{40}\text{Ar}^*$  et  $^{39}\text{Ar}$  seront donc extraits dans un rapport constant, aboutissant ainsi à un spectre d'âge horizontal. La forme du spectre d'âge permet donc de vérifier si le système a évolué en système fermé.

Comme signalé précédemment, à l'exception des sites BOR12-04 et ROC12-14, les âges K-Ar sont systématiquement plus vieux que les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  (*Table V.I*). Compte tenu de la richesse en enclaves de socle et de manteau dans nos échantillons de laves, l'hypothèse que nous privilégions est une erreur systématique sur les âges K-Ar par excès d'argon, bien que cet excès ne soit pas mis en évidence par le formalisme isochrone.

### **V.A.2.b) Origine de l'excès d'argon**

Les laves peuvent contenir de l' $^{40}\text{Ar}^*$  ne provenant pas de la décroissance du  $^{40}\text{K}$  de la mésostase qui a cristallisé après la fermeture du système. Cet argon, communément appelé en excès, est de l'« argon étranger » (*Dalrymple et Lanphere, 1969*). Cette dénomination regroupe 2 types d'argon selon le mode par lequel il est introduit dans le système. Lors d'une éruption, des enclaves de roches anciennes provenant généralement du socle environnant peuvent être incorporées dans le magma lors de sa remontée en surface. Ces roches encaissantes peuvent être potentiellement très riches en  $^{40}\text{Ar}^*$  si elles sont anciennes et/ou très potassiques. Cet argon est qualifié d'« argon hérité ». L'argon « en excès » est la composante ou fraction d'argon introduite dans l'échantillon suivant des processus autres que la décroissance in-situ du  $^{40}\text{K}$ . Cet Argon est introduit dans le système par l'intermédiaire de fluides ou de liquides issus par exemple de mélanges magmatiques ou de roches encaissantes partiellement ou totalement fondues. Cet argon en excès se répartit généralement sous forme d'inclusions fluides ou magmatiques dans les zones périphériques des grains constitutifs de la roche. *McDougall et al. (1969)* soulignent la difficulté de dater les jeunes laves de la zone volcanique d'Auckland (Nouvelle Zélande) contaminées par de l'argon étranger pour lequel les sources probables sont des xénolites et/ou des inclusions. En particulier, les analyses K-Ar sur roche totale des coulées du volcan Rangitoto fournissent des âges compris entre 145 et 465 ka. Ces âges sont beaucoup trop vieux puisque les évidences géologiques, botaniques et radiométriques ( $^{14}\text{C}$ ) situent l'activité de ce volcan à moins de 1 ka. Les xénolites et/ou inclusions peuvent donc considérablement vieillir un âge issu du chronomètre K-Ar.

Dans de tels échantillons, l'analyse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  par chauffes successives met en évidence la décrépitation des inclusions fluides dans les basses températures (fournissant des âges trop anciens dans les premières étapes du spectre d'âge) et des inclusions magmatiques ou solides à hautes température (*Esser et al., 1997*). Cette approche expérimentale a également permis de démontrer la migration de l'excès d'argon à la périphérie des grains (*Harisson et McDougall, 1981*). Les roches contenant peu de potassium et de l'argon en excès présentent parfois un spectre d'âge en forme de U (ou « en selle de cheval ») (*Harisson et McDougall, 1981 ; Wartho et al., 1996*). Lorsqu'un tel spectre est obtenu, l'âge vrai de l'échantillon est approché au creux de la « selle de cheval » (*Lo Bello et al., 1987*).

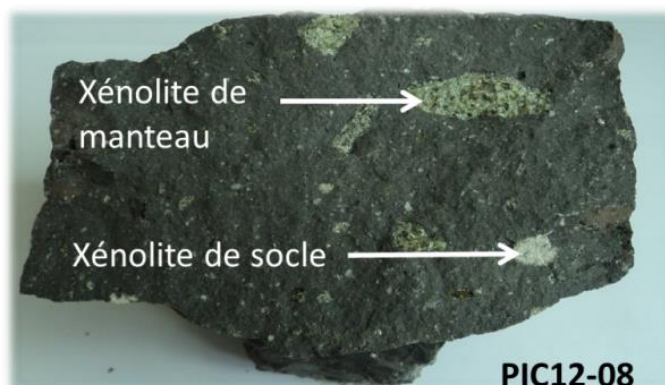
Les inclusions fluides et magmatiques sont de fréquentes sources d'excès d'argon, et peuvent impacter de manière significative la datation des roches en particulier pour celles qui sont jeunes et/ou pauvre en potassium. La richesse en argon de ces inclusions s'explique par le caractère hygromagmaphile (i.e. possédant une forte affinité pour les phases fluides ou liquides) de l'argon. Ainsi les inclusions magmatiques provenant d'un magma riche en excès d'argon peuvent contenir jusqu'à 100 fois plus d'argon (en poids) que les minéraux issus de ce même magma. Dans le cas d'inclusions fluides, cette valeur monte à 10 000

(Kelley, 2002). Cumbest et al. (1994) ont montré comment l'interaction de fluides métamorphiques peut générer un excès d'argon dans des inclusions fluides.

### **V.A.2.c) Contamination crustale et mantellique : vecteur des excès d'Argon**

Les basaltes et basanites du Bas Vivarais ont des signatures géochimiques (éléments majeurs, éléments traces et isotopes de Sr, Nd et Pb) qui reflètent pour l'essentiel la composition de leurs sources mantelliques enrichies (Chauvel et Jahn, 1984 ; Downes, 1987). On y observe cependant assez couramment des indices pétrographiques, minéralogiques et géochimiques de contamination par les deux types de xénolites qu'ils contiennent (Figure V.1) : les nodules de péridotites issus du manteau lithosphérique, et surtout les enclaves de croûte continentale (granites, gneiss, granulites).

*Figure V.1 : Echantillon brut du site PIC12-08. On constate la présence de nombreuses xénolites de socle et de manteau de taille très variable.*



#### **V.A.2.c.1) Evidences pétrographiques et minéralogiques de la contamination**

La contamination par les enclaves de péridotites, assez courante dans les laves d'Ardèche, se fait essentiellement par désagrégation mécanique des xénolites pendant l'ascension et la mise en place de la lave-hôte (Berger et Forette, 1975) : elle est identifiable grâce à la présence de xénocristaux issus de ces nodules, en général de l'olivine magnésienne entourée d'une auréole d'olivine en équilibre avec le magma basaltique (Figure V.2.e) et de l'orthopyroxène entouré d'une auréole de clinopyroxène calcique. Cette contamination mantellique, caractérisée ici pour l'essentiel par la présence de xénocristaux d'olivine et d'olivine déformée mécaniquement (Kink-bands, Figure V.2.a-b), est mise en évidence dans les échantillons ardéchois.

La contamination crustale est également fréquente dans les laves d'Ardèche. On rencontre en effet souvent dans les basaltes et les basanites des xénocristaux de quartz entourés d'auréoles réactionnelles de clinopyroxène (Figure V.2.c-d) (Maury et Bizouard, 1974a) et des enclaves de socle granitique ou gneissique partiellement fondues (Maury et Bizouard, 1974b) (Figure V.1). Les liquides trachytiques à rhyolitiques issus de ces enclaves sont assimilés par les laves-hôtes, laissant des enclaves « restitiques » hyperalumineuses qui se dissocient progressivement au sein de ces laves (Maury, 1976, 1978 ; Maury et al., 1978). Ces liquides, potentiellement riches en argon contribuent ainsi à la contamination des laves-hôtes. Des xénocristaux de quartz, marqueurs de la contamination crustale, sont observés dans de nombreux échantillons.

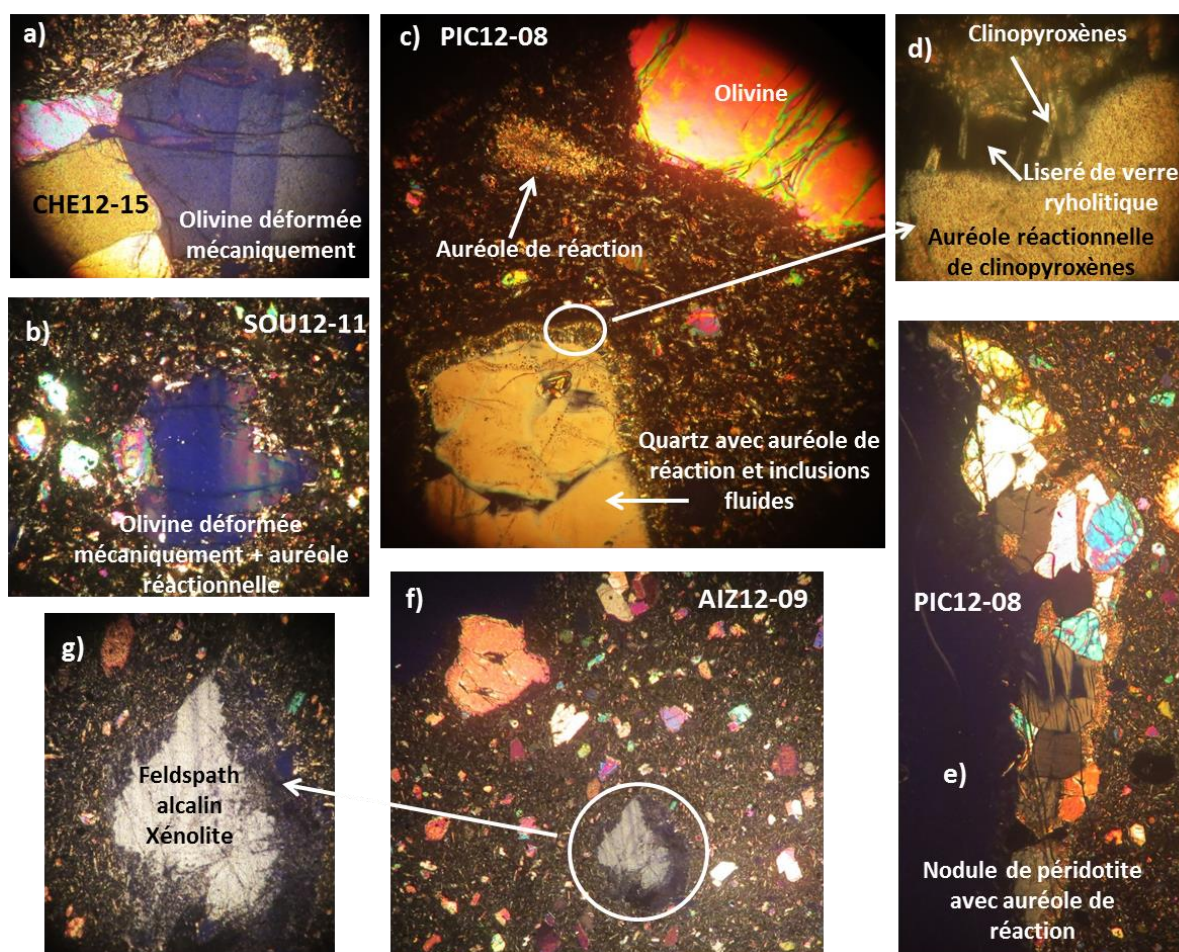


Figure V.2 : Illustration des différentes contaminations des laves ardéchoises observées au microscope : contamination mantellique (a-b-c-e) et contamination crustale (c-d-f-g).

Ces deux types de contamination, mantellique par les enclaves de péridotites, et crustale par les enclaves de socle, sont à l'origine d'argon étranger, responsable d'erreurs par excès sur les âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Les xénolites, respectivement hérités du manteau et du socle, peuvent se désagréger à l'échelle submillimétrique. Il devient ainsi très difficile

d'isoler des fractions de mésostase dépourvues de ces phases porteuses d'argon hérité, comme mentionné par *Guérin et Gillot (2007)*.

#### V.A.2.c.2) Evidences géochimiques de la contamination

Du point de vue géochimique, la contamination mantellique se traduit par des concentrations anormalement élevées en MgO, Co, Ni et Cr qui sont très abondants dans les péridotites.

Les effets géochimiques de la contamination crustale sont bien connus. Ils se marquent principalement par une augmentation des rapports isotopiques du strontium et une diminution de ceux du néodyme (*Thompson et al., 1980 ; DePaolo, 1981 ; Downes, 1984 ; Barrat et Nesbitt, 1996 ; Baker et al., 1996*). Au niveau des éléments majeurs et en traces, on observe une augmentation des teneurs en éléments plus abondants dans la croûte continentale (*Hofmann, 1988*) que dans les basaltes intraplaque : c'est le cas de SiO<sub>2</sub> et de K<sub>2</sub>O, mais aussi de Pb, Th, U et des éléments lithophiles à grand rayon ionique (LILE) Cs, Rb et Ba, ainsi que des terres rares légères. En revanche, les teneurs en éléments à grande force de champ ionique (HFSE) comme Nb, Ta, Hf et Ti, qui présentent des anomalies négatives dans la croûte continentale, ont tendance à décroître. Les effets de la contamination crustale se traduisent donc globalement par une augmentation des teneurs en SiO<sub>2</sub> et K<sub>2</sub>O des laves basaltiques, ainsi que de leurs rapports La/Nb, Th/Ta et équivalents.

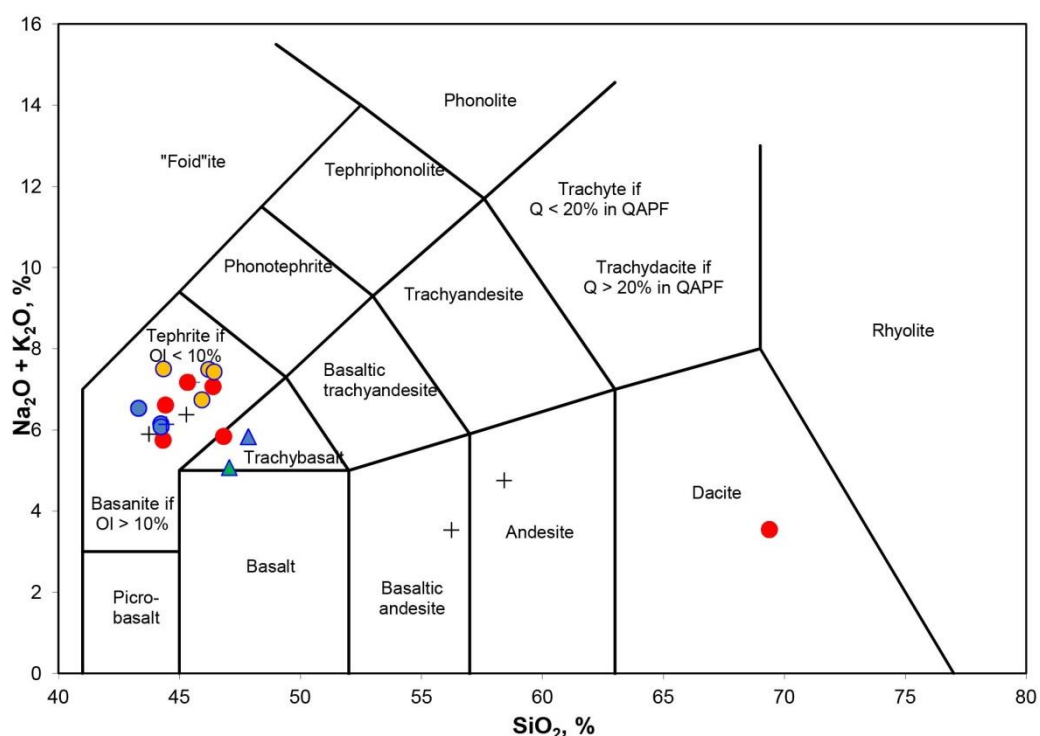
Dans les diagrammes multi-élémentaires normalisés au manteau primitif (*Sun et McDonough, 1989*), ils se traduisent par des pics positifs ou négatifs donnant à ces représentations un aspect en « dents de scie » (« spiky patterns », *Thompson et al., 1980*). Ces effets ont été décrits dans de très nombreux ensembles basaltiques intraplaque (*Thompson et al., 1980 ; Downes, 1987 ; Barrat et Nesbitt, 1996 ; Baker et al., 1996 ; El Azzouzi et al., 2010*). La contamination se poursuit et devient de plus en plus importante pendant l'évolution des séries magmatiques, par assimilation couplée avec la cristallisation fractionnée (*DePaolo, 1981*) ; dans les laves évoluées du Massif Central, elle peut atteindre des taux de 10 à 15% en masse (*Downes, 1984, 1987*). L'introduction de potassium et d'argon hérité de minéraux du socle (feldspaths, micas) est a priori susceptible de perturber considérablement le chronomètre K-Ar, tout comme la présence de minéraux de quartz riches en inclusions fluides.

Nous avons utilisé un certain nombre de ces paramètres géochimiques pour caractériser la contamination. Dans un premier temps, nous avons estimé qualitativement le degré de contamination des échantillons en utilisant le rapport [Age K-Ar / Age <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar]. Sont considérés comme non contaminés, les échantillons pour lesquels le rapport [Age K-Ar / Age <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar] ≈ 1 (BOR12-03, BOR12-04 et ROC12-14). Sont qualifiés de modérément



contaminés, CHAM12-19, PAL 12-17, PAL 12-16, car leur rapport [Age K-Ar / Age  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ] varie de 1,7 à 2,3. Les échantillons les plus contaminés (BUR12-02, AIZ12-09, JAU12-10, SOU12-11, PIC12-08) sont caractérisés par des rapports [Age K-Ar / Age  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ] variant de 3,0 à 8,5.

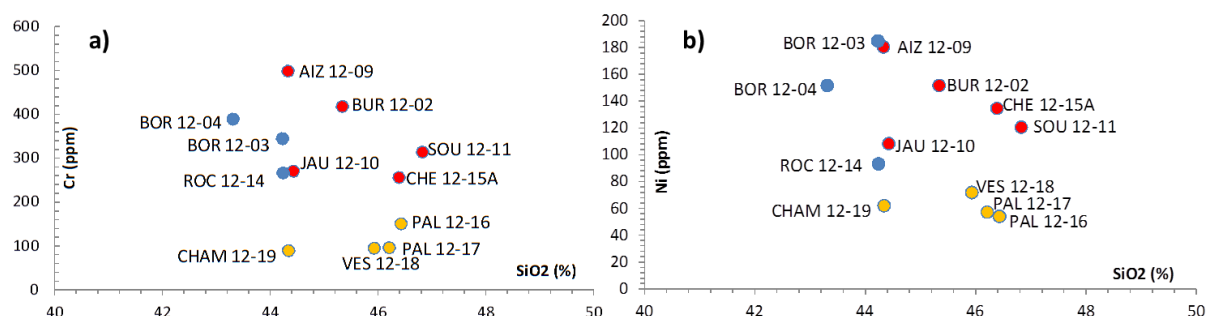
Les laves ardéchoises (mésostase triée) analysées (*Annexe 3*) ont été classées à l'aide du diagramme TAS (*Figure V.3, Le Bas et al., 1986*). Ce sont en majorité des basanites (BUR12-01, BUR12-02, CHA12-05, BOR12-04, BOR12-03, AIZ12-09, JAU12-10, ROC12-14, THU12-13) accompagnées de téphrites (THU12-12, PAL12-16, PAL12-17, CHE12-15A, VES12-18, CHAM12-19), d'un trachybasalte (SOU12-11) et de trois laves anormalement enrichies en silice et pauvres en alumine (MAR12-06, PIC12-07, PIC12-08). Ces dernières se placent dans le champ des andésites et dacites du diagramme TAS, mais ne possèdent pas les caractéristiques de celles-ci ; il pourrait s'agir de basaltes ayant assimilés de grandes quantités de quartz, qui aurait « dilué » les teneurs en autres éléments majeurs et en éléments en traces.



*Figure V.3 : Diagramme somme des alcalins versus  $\text{SiO}_2$  (TAS), d'après Le Bas et al. (1986) pour les laves d'Ardèche. Les croix correspondent aux échantillons datés uniquement en K-Ar, les cercles aux échantillons datés en K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . En bleu sont reportés les échantillons pas contaminés (voir texte), en orange les échantillons modérément contaminés, en rouge les échantillons les plus contaminés.*

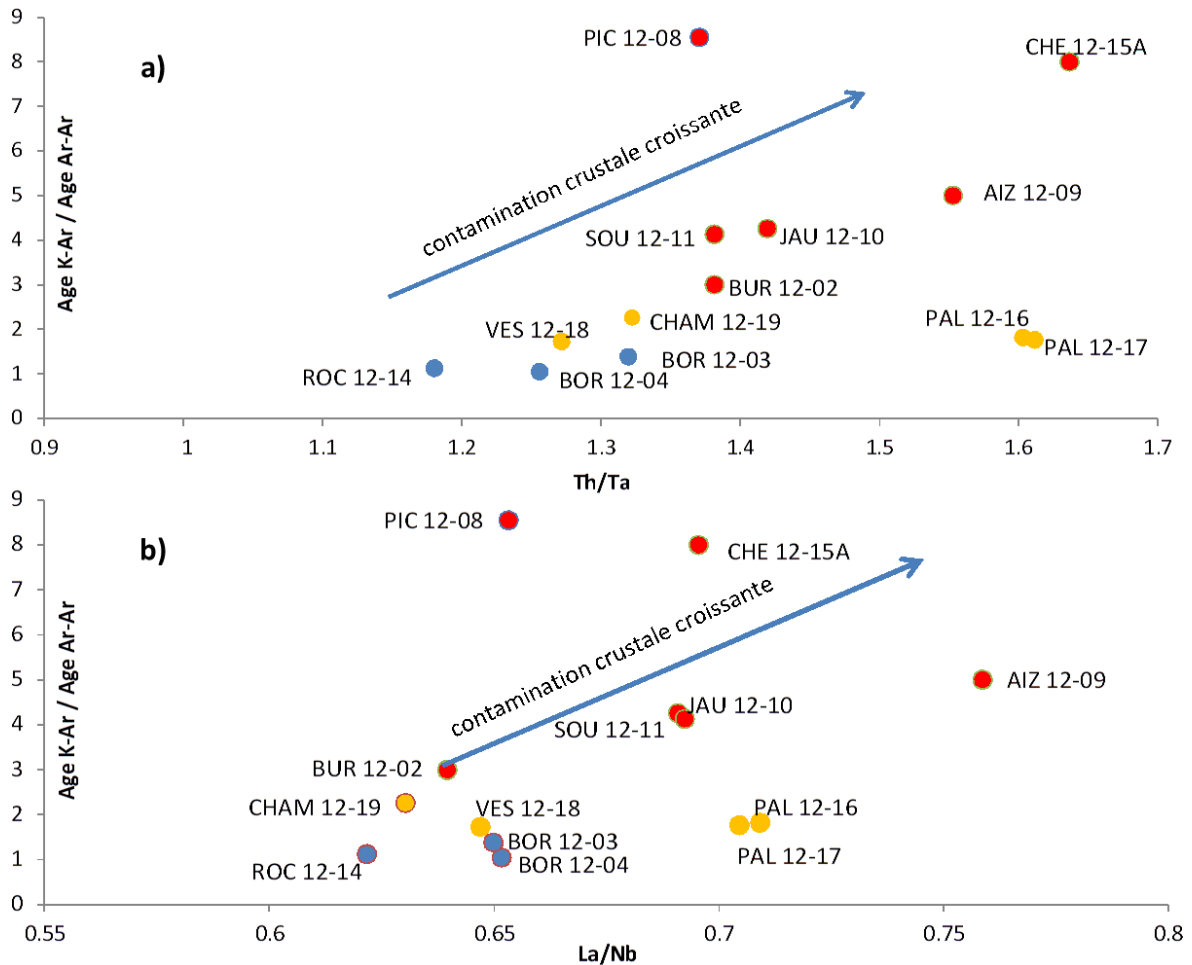
Les diagrammes Cr vs  $\text{SiO}_2$  et Ni vs  $\text{SiO}_2$  sont bien adaptés pour mettre en évidence la contamination mantellique. On note en *Figure V.4* que pour des teneurs équivalentes en  $\text{SiO}_2$ , à l'exception de JAU12-10, les basanites les plus contaminées ont des teneurs plus élevées en Cr et Ni. Il en va de même en comparant les téphrites modérément contaminées

aux téphrites les plus contaminées. Ces observations vont dans le sens d'une contamination mantellique en partie responsable des âges K-Ar en excès.



*Figure V.4 : a) Diagramme de variations de Cr (ppm) en fonction de SiO2 (% massiques) pour les laves d'Ardèche. b) Diagramme de variations de Ni (ppm) en fonction de SiO2 (% massiques) pour les laves d'Ardèche. Symboles identiques à ceux de la Figure V.3.*

La contamination par la croûte sous-jacente peut être mise en évidence par l'examen des rapports d'éléments en trace Th/Ta et La/Nb. En toute logique, des laves de degré de différenciation proche et issues d'une même source sont caractérisées par des rapports homogènes. A l'exception des téphrites PAL12-17 et PAL12-16 qui sont des laves plus évoluées ayant fractionné sans doute de la titanomagnétite et donc normalement appauvries en Ti, Nb et Ta, les échantillons pour lesquels le rapport [Age K-Ar / Age  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ] varie de 1,0 à 2,3, présentent des rapports Th/Ta et La/Nb plus faibles et surtout plus homogènes que ceux des échantillons dont le rapport [Age K-Ar / Age  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ] varie de 3,0 à 8,5 (Figure V.5.a-b). Ils pourraient donc a priori être moins contaminés par la croûte sous-jacente. L'échantillon le plus contaminé de ce point de vue semble être AIZ12-09 dont les rapports La/Nb et Th/Ta sont plus élevés que pour les autres échantillons. CHE12-15A a également un rapport Th/Ta élevé mais qui s'explique par sa composition téphritique. On note par ailleurs une bonne corrélation sur l'ensemble du graphique entre le rapport [Age K-Ar / Age  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ] et le rapport Th/Ta, ce qui confirme l'importance de la contamination crustale.



**Figure V.5 :** a) Diagramme de variation du facteur de contamination (i.e. Age K-Ar/Age  $^{40}\text{Ar}$ - $^{39}\text{Ar}$ ) en fonction du rapport Th/Ta. b) Diagramme de variation du facteur de contamination (i.e. Age K-Ar/Age  $^{40}\text{Ar}$ - $^{39}\text{Ar}$ ) en fonction du rapport La/Nb. Symboles identiques à ceux de la Figure V.3.

Les diagrammes multi-élémentaires des basanites d'Ardèche (Figure V.6) sont typiques des basaltes alcalins et basanites intra-plaque proches d'OIB (basaltes océaniques intra-plaque) et à affinité HIMU (rapport  $^{238}\text{U}/^{204}\text{Pb}$  élevé) dominante, qui forment toute la province magmatique tertiaire péri-méditerranéenne (El Azzouzi et al., 2010). Ce type d'OIB se caractérise par des spectres enrichis avec un maximum au niveau de Nb et Ta, un appauvrissement relatif en Cs et Rb, une tendance à présenter des anomalies négatives en K, de fortes anomalies négatives en Pb, et des spectres de MREE-HREE à pente relativement forte. L'origine des anomalies négatives en K (et des faibles teneurs en Rb et Cs) est attribuée à la présence de pargasite résiduelle (amphibole dépourvue de K) dans la source des basaltes alcalins et basanites. Ainsi, à première vue, dans le cas des échantillons d'Ardèche, ce type de diagramme ne produit pas d'indices évidents de contamination crustale.

En *Figure V.6* sont reportées 3 basanites, ROC12-14 et BOR12-03 considérées non contaminées (i.e. rapport  $[\text{Age K-Ar} / \text{Age } ^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}] \approx 1$ ) et AIZ12-09 dont le rapport  $[\text{Age K-Ar} / \text{Age } ^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}] \approx 5$ . Les 3 spectres sont superposables. On peut ainsi considérer ces trois échantillons comme également différenciés. Dès lors, la seule façon d'expliquer les teneurs plus élevées en Cr d'AIZ12-09 (*Figure V.4.a*) est une contamination par des xénolites mantelliques. AIZ12-09 est également caractérisé par un rapport Th/Ta élevé, indicateur d'une contamination crustale. Nous mettons ainsi en évidence que les laves d'Ardèche peuvent être à la fois contaminées par la croûte et par le manteau.



*Figure V.6 : Diagrammes de terres rares et multi-élémentaires normalisés au manteau primitif, (Sun et McDonough, 1989) de basanites représentatives de l'Ardèche.*

Sont reportés en *Figure V.7* les échantillons que nous retenons comme les plus significatifs de la contamination crustale (PIC12-08) et de la contamination mantellique (CHE12-15A). PIC 12-08 est notre échantillon le plus riche en  $\text{SiO}_2$  (69,39%). Ceci est en contradiction avec ses faibles teneurs en éléments incompatibles (*Figure V.7*). Cette composition paradoxale peut s'expliquer par une conséquente assimilation de quartz par le magma. CHE12-15A est une téphrite dont le rapport Th/Ta est similaire aux téphrites PAL12-16 et PAL12-17 considérées comme modérément contaminées. Cette composition téphritique s'exprime logiquement par des teneurs plus élevées en éléments incompatibles (*Figure V.7*) mais est en opposition avec des teneurs hautes en Cr et Ni, comparativement à PAL12-16 et PAL12-17 (*Figure V.4.a-b*).



Figure V.7 : Diagrammes de terres rares et multi-élémentaires normalisés au manteau primitif, (Sun et McDonough, 1989) de PIC 12-08, ROC 12-14 et CHE 12-15.

Ces évidences pétrographiques et géochimiques de contamination crustale et mantellique sur les fractions de mésostase triée montrent que la méthode de séparation minéralogique appliquée ici n'a permis d'isoler que deux fractions exemptes d'excès d'argon (BOR12-04 et ROC12-14). Malgré ces évidences, les analyses isochrones des échantillons ardéchois ne révèlent aucun excès d'argon puisque les valeurs du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}_{\text{initial}}$  sont statistiquement identiques à celle du rapport atmosphérique (295,5). Néanmoins, l'interprétation des diagrammes isochrones est ici délicate. La composition en isotopes d'argon, du gaz extrait aux différents paliers de températures, est relativement homogène. Ceci se traduit par une faible dispersion des points expérimentaux le long des droites isochrones. Comme vu dans le chapitre précédent, les facteurs d'étirement sont souvent très faibles, avec des valeurs comprises entre 0,1 et 2,2% pour les sites du Sud. Ces valeurs basses complexifient l'interprétation des isochrones et un éventuel faible excès d'argon peut alors échapper à l'interprétation des isochrones.

Lors des expériences de datation  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , les échantillons de mésostase sont chauffés d'environ 600 à 1200°C. Sur cette plage de température aucune forme de U n'est observée sur les spectres d'âge d' $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  qui ne présentent pas de pente significative.

Sur la base de ces observations, combinées avec les résultats des analyses géochimiques et des lames minces, nous supposons que l'excès d'argon responsable des différences entre les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et K-Ar est localisé à la périphérie des grains ou dans des sites de rétention de basses températures, possiblement sous forme d'inclusions fluides ou

d'inclusions de liquides magmatiques. En effet, cet excès d'argon non observé en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  est probablement éliminé lors du pré-dégazage des échantillons jusqu'à des températures proches de 600°C.

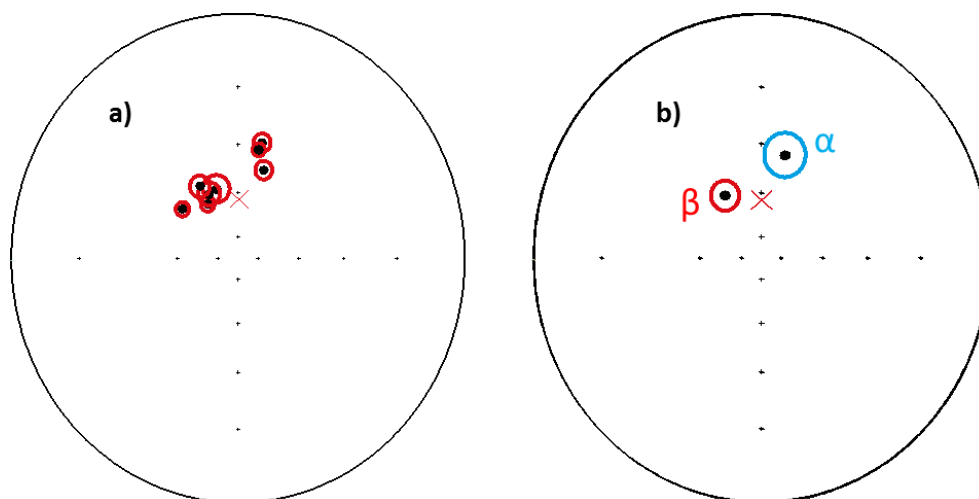
Certains xénolites, de tailles microscopiques, peuvent également avoir échappé à nos différents tris et être responsable de cet excès d'argon. De plus, l'analyse K-Ar s'effectue sur une masse de mésostase environ de 10 à 20 fois supérieure à celle retenue en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  augmentant, ainsi le risque d'analyser en K-Ar des xénolites ayant échappés aux tris.

L'ensemble de ces éléments nous incite donc à retenir les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  pour dater les coulées ardéchoises.

### **V.A.3) Apport du paléomagnétisme pour distinguer les 2 phases éruptives du Sud de l'Ardèche**

Nos âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  mettent en évidence la présence de 2 phases éruptives, l'une dans le Nord de notre secteur d'étude, l'autre dans la partie Sud. Sur la base des âges obtenus pour le secteur le Sud, l'activité volcanique apparaît très récente (15 à 35 ka). Compte tenu des faibles taux d' $^{40}\text{Ar}^*$  mesurés, les incertitudes associées à ces âges sont conséquentes (20 à 75 % pour les âges plateaux). Ces incertitudes, combinées à une forte proximité temporelle entre les éruptions rendent délicate la mise en évidence de 2 éventuelles phases éruptives très proches dans le temps. Ceci pourrait expliquer que nous ne distinguons qu'une seule phase dans le Sud, là où l'ensemble des autres études (*Guérin et Gillot, 2007 ; Rochette et al., 1993*) en discernent deux. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons examiné les directions magnétiques enregistrées par ces laves. Nous souhaitons ainsi vérifier si les directions obtenues mettent en avant 1 ou 2 phases éruptives dans le Sud de l'Ardèche. Accessoirement ceci permet de comparer nos directions avec celles obtenues par *Rochette et al. (1993)*.

Neuf sites du Sud de l'Ardèche ont été analysés en désaimantation thermique. Parmi ces sites, 8 ont fourni des directions moyennes (*Figure V.8.a*). Ces directions définissent 2 groupes de directions moyennes (*Figure V.8.b*).



**Figure V.8 :** a) Directions moyennes des échantillons du Sud de l'Ardèche. b) Groupes directionnels identifiés pour les laves du Sud de l'Ardèche.

Le groupe  $\alpha$  rassemble 3 sites : SOU12-11, THU12-12, CHAM12-19. Le groupe  $\beta$  rassemble 5 sites : BUR12-01, PIC12-08, AIZ12-09, CHE12-15, et PAL12-16 (Table V.2).

**Table V.2 :** Groupements directionnels identifiés pour les laves du Sud de l'Ardèche.

Groupement directionnel	Echantillons du groupe	Déclinaison moyenne (°)	Inclinaison moyenne (°)	$\alpha_{95}$ (°)
$\alpha$	SOU12-11, THU12-12, CHAM12-19	13,3	43,1	8,8
$\beta$	BUR12-01, PIC12-08, AIZ12-09, CHE12-15, et PAL12-16	-31,9	56,7	6,5

Ces groupes ont des directions moyennes cohérentes avec celles obtenues par Rochette et al. (1993) (Table V.3) et qui sont significativement différentes l'une de l'autre (écart angulaire de 31,4°) (Table V.3). Ceci permet de déduire que ces 2 groupes de laves ont été mis en place à des périodes distinctes.

**Table V.3 :** Différences angulaires entre les 2 groupements directionnels identifiés pour les laves du Sud de l'Ardèche, et entre ces groupements et ceux mis en avant par Rochette et al. (1993).

	$\alpha$ - $\beta$	$\alpha$ - $\alpha$ Rochette	$\beta$ - $\beta$ Rochette
Ecart Angulaire (°)	31,4	4,0	1,1

L'étude des directions magnétiques permet donc de distinguer 2 épisodes éruptifs dans le Sud du Bas Vivarais.

Pour la phase d'activité la plus récente du Sud de l'Ardèche ( $\alpha$ ), nous regroupons les échantillons SOU12-11 et CHAM12-19, tous deux datés et appartenant au groupement

directionnel  $\alpha$ . La moyenne pondérée de leurs âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  indique un âge de  $17 \pm 7$  ka. Nous avons également lié à cette phase éruptive :

- Le site JAU12-10 daté à  $27 \pm 6$  ka. Bien qu'il n'ait pas été échantillonné pour l'étude paléomagnétique (car l'accès au site n'était pas possible compte tenu du matériel à transporter et du débit de la rivière à traverser au moment de cet échantillonnage), *Rochette et al. (1993)* attribuent à JAU12-10 une direction compatible avec celles des échantillons appartenant au groupement  $\alpha$ . De plus, *Berger (2007)* a publié des âges  $^{14}\text{C}$  de  $16,28 \pm 0,41$  ka pour cette coulée. L'ensemble de ces arguments nous incite donc à placer JAU12-10 avec la phase d'activité la plus récente du Bas Vivarais.
- Le site VES12-18 provient d'une coulée issue de la Vestide-du-Pal datée par  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  à  $26 \pm 6$  ka. Aucune direction magnétique moyenne n'a pu être obtenue pour le site VES12-18 car les directions des échantillons ne présentaient aucune cohérence (Chapitre IV). Cependant, *Guérin et Gillot (2007)* rattachent l'activité volcanique de la Vestide-du-Pal à la phase d'activité la plus récente de l'Ardèche. Il en est de même pour *Rochette et al. (1993)* pour qui les laves de ce volcan ont une direction les reliant au groupement  $\alpha$ . L'ensemble de ces éléments nous incite à placer VES12-18 dans la phase d'activité la plus récente.
- Le site THU12-12 n'a pas fait l'objet de datation  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Néanmoins l'ensemble des données chronologiques disponibles s'accordent pour le rattacher à la phase d'activité la plus récente (*Guérin, 1983 ; Berger et al., 1975*). Aussi l'analyse directionnelle place la coulée de ce site au sein du groupement directionnel  $\alpha$ . A la lumière de ces éléments, le site THU12-12 a été placé dans la phase d'activité la plus récente.

Sur la base des datations  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  des sites SOU12-11, CHAM12-19, JAU12-10 et VES12-18, un âge de  $24 \pm 8$  ka est obtenu pour la phase d'activité la plus récente du Sud de l'Ardèche.

Pour la phase d'activité la plus ancienne du Sud de l'Ardèche ( $\beta$ ), un âge moyen de  $31 \pm 4$  ka est obtenu correspondant à la moyenne pondérée des âges obtenus pour BUR12-02, PIC12-08, AIZ12-09, CHE12-15, PAL12-16, PAL12-17 :

- Les sites PAL12-16 et PAL12-17 appartiennent à la même coulée comme en attestent leurs compositions en éléments majeurs et traces (*Annexe 3*). Ceci est confirmé par la datation  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  qui délivre des âges identiques pour les deux sites. L'analyse du site PAL12-16 en paléomagnétisme le place dans le groupe directionnel  $\beta$ . La coulée PAL12-16-17 y est donc rattachée.
- Les sites BUR12-01 et BUR12-02 possèdent des compositions en éléments majeurs et traces (*Annexe 3*) confirmant leur appartenance à une coulée unique (BUR12-01-02). BUR12-02 est daté à  $34 \pm 8$  ka (âge  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ). Nous attribuons donc le même âge au site BUR12-01 qui, de part ces propriétés magnétiques, appartient au groupement  $\beta$



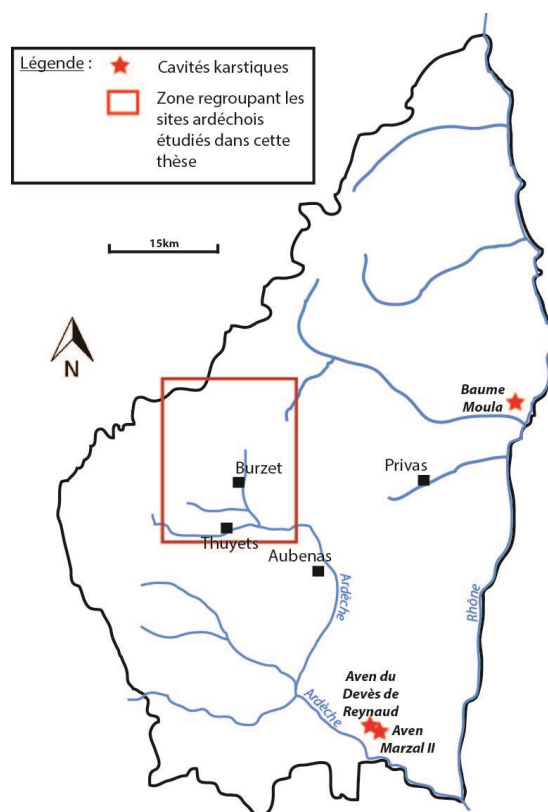
(deuxième phase d'activité). *Berger et al. (1975)* ont également obtenu pour cette même coulée un âge radiocarbone > 35 ka, cohérent avec cette phase d'activité.

Nos datations  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  combinées au paléomagnétisme permettent ainsi de distinguer 3 phases d'activité volcanique dans le Bas Vivarais : 1 dans le Nord à  $180 \pm 30$  ka, et 2 dans le Sud, la plus récente à  $24 \pm 8$  ka et la plus ancienne à  $31 \pm 4$  ka. Ces âges ne sont cependant pas cohérents avec les âges obtenus par thermoluminescence (*Table V.1*). Nous nous sommes appuyés sur des retombées volcaniques contenues dans des karsts proches de notre zone d'étude pour voir si leurs informations valident un de ces deux types d'âge.

#### **V.A.4) Contribution des retombées volcaniques contenues dans les karsts ardéchois**

L'Ardèche est riche en plateaux calcaires d'âge Jurassique Supérieur à Crétacé Inférieur et de faible altitude (300-400m). Ces plateaux possèdent de nombreuses cavités calcaires (karsts) dont le remplissage peut conserver des apports éoliens parfois d'origine volcanique (*Debard et Pastre, 2008*). Plus de la moitié des édifices volcaniques d'Ardèche ont connu une phase phréatomagmatique (*Rochette et al., 1993*) émettant des projections potentiellement conservées dans ces cavités calcaires.

Trois de ces cavités, distantes de 30 à 50 km des édifices volcaniques (*Figure V.9*) ont fait l'objet d'études détaillées : la Baume Moula (Soyons), l'Aven de Marzal II (Saint-Remèze), et l'Aven du Devès de Reynaud (Saint-Remèze).



*Figure V.9 : Carte simplifiée du département d'Ardèche avec localisation de la zone d'étude et des cavités karstiques.*

Des matériaux d'origine volcanique ont été retrouvés dans ces cavités, mais leur origine, faute d'une chronologie insuffisante, reste à ce jour imprécise.

Les analyses chimiques du niveau de téphra identifié dans la Baume Moula le relie indiscutablement à l'éruption d'un appareil de type maar (*Pastre et al., 1994*). De plus, les olivines de la retombée de Moula ont une minéralogie très similaire à celles du Ray-Pic (*Debard et Pastre, 2008*). *Sanzelle et al. (2000)* datent le téphra de la Baume Moula par thermoluminescence à  $72 \pm 12$  ka. Selon ces mêmes auteurs, cette datation est à considérer avec précaution. En effet, des ossements échantillonnés sous le niveau de téphra fournissent un âge  $^{14}\text{C}$  plus jeune que celui du téphra, soit  $33,2 \pm 1,5$  ka BP. De plus, le téphra se trouve au sein de niveaux détritiques mis en place dans un contexte périglaciaire, ce qui est incompatible avec l'âge de 72 ka correspondant à la fin d'un épisode tempéré. Ces observations sont cependant cohérentes avec l'âge de la phase d'activité à  $31 \pm 4$  ka calculé à partir de nos datations  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .

L'aven Marzal II présente 6 principales unités de remplissage, numérotées de 1 (au fond de l'aven) à 6 pour la partie la plus en surface. Dans les parties 5 et 6 de son remplissage, des résidus dont les spectres basaltiques-mantelliques sont typiques d'une retombée phréatomagmatique ont été retrouvés (*Debard et Pastre, 2008*). Des microfaunes ne différant pas des formes actuelles ont également été retrouvées dans ces 2 dernières parties. De plus, 2 datations  $^{14}\text{C}$  ont été effectuées sur des restes osseux situés dans ces parties supérieures (pas de repérage stratigraphique précis) sortis lors de la désobstruction. Elles fournissent des âges calibrés de : 23,6-21,6 ka BC et 17,8-17,0 ka BC. Une autre datation  $^{14}\text{C}$  a été effectuée au sommet de l'ensemble 5 et donne un âge calibré de 11,2-10,1 ka BC. Selon *Debard et Pastre, (2008)*, la proximité des volcans ardéchois en font une source possible pour ces retombées phréatomagmatiques. Cependant l'écart temporel entre leurs âges  $^{14}\text{C}$  et la dernière phase d'activité mise en avant par *Guérin et Gillot (2007)* à 45 ka empêche l'établissement de tout lien entre ces retombées et les volcans ardéchois. En considérant les résultats de notre étude chronologique, les âges  $^{14}\text{C}$  obtenus pour ces retombées phréatomagmatiques sont cohérents avec la dernière phase d'activité mises en avant par nos âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , à savoir  $24 \pm 8$  ka.

Des sables noirs ont été recueillis dans l'aven du Devès de Reynaud. Ils sont composés pour moitié de minéraux du socle et pour l'autre moitié de verres bruns typique d'une interaction eau-magma. L'analyse chimique de ce verre révèle une composition minéralogique le classant dans le champ des basanites. Pour *Debard et Pastre (2008)*, la présence de minéraux du socle indique une origine phréatomagmatique. De plus, la composition du verre est extrêmement similaire à celles de certaines mésostases de nos sites du Sud de l'Ardèche (*Table V.4 et Table V.5*).

*Table V.4 : Composition du verre des retombées volcaniques contenues dans l'aven du Devès de Reynaud (d'après Debard et Pastre (2008)).*

SiO <sub>2</sub>	47,42	45,82	45,96	46,16	46,20	46,07	47,00	45,25	45,12	47,32
TiO <sub>2</sub>	2,04	2,74	2,62	2,64	2,54	2,66	2,20	2,72	2,70	2,06
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20,10	16,41	16,96	17,15	17,20	16,40	18,45	16,24	16,28	20,04
FeO	7,48	10,38	10,05	10,05	10,38	10,77	9,24	10,51	10,10	8,10
MnO	0,15	0,19	0,15	0,21	0,18	0,22	0,16	0,13	0,22	0,10
MgO	3,13	4,31	4,10	4,04	3,98	4,53	3,86	4,47	4,55	3,58
CaO	11,15	9,68	9,91	10,10	10,09	10,07	10,31	10,07	10,24	11,39
Na <sub>2</sub> O	4,62	5,47	4,63	4,14	3,98	5,12	4,62	5,11	5,01	4,45
K <sub>2</sub> O	1,39	2,13	2,05	2,05	1,89	1,92	1,74	1,99	1,99	1,43
Total	97,48	97,13	96,43	96,54	96,44	97,76	97,58	96,49	96,21	98,47
Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O	6,01	7,60	6,68	6,19	5,87	7,04	6,36	7,10	7,00	5,88

*Table V.5 : Composition de la mésostase des sites échantillonnés dans le Sud de l'Ardèche.*

Ref Echantillon		BUR 12-01	BUR 12-02	PIC 12-07	THU 12-12	THU 12-13	PAL 12-16	PAL 12-17	AIZ 12-09	JAU 12-10	SOU 12-11	CHE 12-15A	VES 12-18	CHAM 12-19
SiO <sub>2</sub>	%	45.53	45.34	44.23	45.29	44.46	46.43	46.21	44.33	44.43	46.83	46.39	45.93	44.34
TiO <sub>2</sub>	%	2.486	2.45	2.728	2.634	2.693	2.605	2.665	2.46	2.867	2.578	2.522	2.788	2.918
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	14.855	14.44	14.32	15.79	14.395	15.635	16.03	13.652	15.285	13.048	15.933	14.39	15.31
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	10.303	10.243	11.797	9.424	10.653	10.657	10.92	12	10.953	10.717	10.19	12.42	12.123
MnO	%	0.1724	0.1736	0.1853	0.1492	0.171	0.1652	0.1706	0.2058	0.1744	0.1827	0.1567	0.2067	0.2003
MgO	%	7.463	7.787	8.877	6.155	7.716	4.828	5.125	9.791	7.164	7.996	6.422	6.539	6.065
CaO	%	9.917	10.19	9.829	11.875	11.328	9.742	9.073	10.773	11.085	10.748	8.797	8.93	9.479
Na <sub>2</sub> O	%	4.91	5.024	4.329	4.452	4.347	5.055	5.187	4.248	4.794	4.273	4.816	4.802	5.247
K <sub>2</sub> O	%	2.262	2.147	1.82	1.92	1.79	2.372	2.304	1.496	1.818	1.561	2.25	1.936	2.258
Total	%	99.14	98.8	99.6	99.03	98.56	98.68	98.81	99.57	99.54	98.61	98.59	98.9	98.66
K <sub>2</sub> O+Na <sub>2</sub> O	%	7.172	7.171	6.149	6.372	6.137	7.427	7.491	5.744	6.612	5.834	7.066	6.738	7.505

Enfin, des niveaux fossilifères associés à ces sables noirs permettent d'attribuer un âge würmien à cette retombée, ce qui est cohérent avec l'âge des deux dernières phases d'activité mises en avant en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .

Les retombées phréatomagmatiques observées dans l'ensemble des karsts ardéchois présentent des compositions et/ou des âges cohérents avec nos datations  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et analyses chimiques. Ces âges, sont également cohérents avec ceux de *Berger et al. (1975)* et *Berger (2007)* obtenus par  $^{14}\text{C}$ . Ceci nous incite à privilégier les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et  $^{14}\text{C}$  disponibles au détriment des âges de *Guérin et Gillot (2007)* obtenus par thermoluminescence.

Bien que n'ayant pu contribuer à la calibration des échelles de temps, les données obtenues à partir des échantillons ardéchois ont permis d'affiner la chronologie du volcanisme de cette région. Nous proposons de retenir comme âge final des coulées ardéchoises les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  obtenus lors de cette étude (*Table V.I*). Ces âges distinguent ainsi 3 phases d'activité volcanique dans le Bas Vivarais :  $24 \pm 8$  ka ;  $31 \pm 4$  ka ; et  $180 \pm 30$  ka.

## **V.B) Les îles Canaries : contribution à la calibration des échelles de temps**

Les quelques laves ardéchoises analysées en Thellier et Thellier ne fournissent pas de résultats de paléointensité exploitables. Les couples âge-paléointensité obtenus proviennent donc uniquement des îles Canaries pour lesquelles 14 des 18 sites étudiés ont permis d'obtenir un couple âge-paléointensité. L'utilisation de ces couples comme points d'ancrage nécessite que ces derniers soient solidement contraints, aussi bien temporellement qu'en intensité du champ magnétique. Cette partie présentera donc dans un premier temps l'ensemble des examens menés afin d'évaluer la validité et la robustesse de ces points. Dans un second temps ces couples seront comparés aux données sédimentaires et volcaniques existantes sur la période 15-200 ka.

### **V.B.1) Composante non dipolaire et anomalie magnétique : impact sur l'enregistrement du signal magnétique des laves**

#### **V.B.1.a) Anomalies magnétiques des îles Canaries**

Les études et résultats géomagnétiques sur les édifices volcaniques peuvent parfois être d'interprétation complexe. Ces édifices possèdent en effet une « racine » dont l'aimantation peut être à la fois très élevée et très hétérogène. Cette aimantation peut perturber le champ magnétique local (*Valet et Soler, 1999 ; Pavon Carrasco et Villasante Marcos, 2010*) et en conséquence, l'aimantation acquise par les laves lors de leur refroidissement.

Depuis le début des années 2000, plusieurs îles de l'archipel canarien ont fait l'objet d'études aéromagnétiques afin de quantifier cette anomalie magnétique. Des cartographies précises ont ainsi été obtenues pour les îles de Tenerife (*García et al., 2007*), El Hierro (*Blanco-Montenegro et al., 2008*), Grande Canarie (*Blanco-Montenegro et al., 2003*) et Lanzarote (*Blanco-Montenegro et al., 2005*).

D'après les travaux de *García et al. (2007)*, les sites échantillonnés sur Tenerife sont situés dans une zone où l'anomalie magnétique varie de -1,5 à 0,2  $\mu\text{T}$ . Sur Grande Canarie, les travaux de *Blanco-Montenegro et al. (2003)* montrent que nos échantillons sont situés dans des zones pour lesquelles l'anomalie magnétique varie de 0,3 à 0,8  $\mu\text{T}$ . Les anomalies magnétiques n'ont pas été déterminées avec la même précision pour l'île de La Palma. Des mesures magnétiques effectuées en mer au large des îles Canaries par *Catalan et al. (2005)* ont permis d'obtenir une carte des anomalies magnétiques à l'échelle de l'archipel canarien. Sur cette carte l'anomalie magnétique constatée dans le Sud La Palma (lieu de nos échantillonnages) est voisine de 0,17-0,2  $\mu\text{T}$ .

L'intensité du champ magnétique mesurée dans nos échantillons (environ 16 à 50  $\mu\text{T}$ ) est bien supérieure aux anomalies magnétiques constatées sur les différentes îles échantillonnées. Il semble donc peu probable que l'anomalie magnétique régionale présente aux îles Canaries ait eu une influence significative sur l'enregistrement de l'intensité du champ magnétique par les laves échantillonnées. Ceci est confirmé par l'analyse de la coulée de 1949 pour laquelle nous obtenons une paléointensité de  $42,3 \pm 7,1 \mu\text{T}$  ( $8,5 \pm 1,3 \cdot 10^{22} \text{ Am}^2$ ). Cette valeur, issue de 5 carottes différentes, est cohérente avec la valeur du champ modélisé par l'IGRF (International Geomagnetic Reference Field) pour l'année 1950 à la localisation du site LPR09, à savoir :  $40 \mu\text{T}$  ( $8,1 \cdot 10^{22} \text{ Am}^2$ ).

L'analyse directionnelle de la coulée de 1949 fournit les paramètres angulaires suivants :  $D = 339,7^\circ$  et  $I = 38,4^\circ$ . Ces résultats sont obtenus à partir de 8 carottes avec un  $\alpha_{95}$  de  $2,0^\circ$ . Cette direction est cohérente avec celle obtenue par *Soler et al. (1984)* sur cette même coulée, à savoir  $D = 340,1^\circ$  et  $I = 41,8^\circ$ . Plus récemment, *Pavon Carrasco et Villasante Marcos (2010)* ont modélisé les variations magnétiques durant les 400 dernières années au niveau de Santa Cruz de Tenerife par analyse bayésienne à partir des données fournies par les coulées historiques canariennes sur cette période. Pour l'année 1950, leur modèle prédit une paléodirection ( $D = 342,3 \pm 1,7^\circ$  ( $2\sigma$ ), et  $I = 40,3 \pm 1,5^\circ$  ( $2\sigma$ )) cohérente avec celle que nous mesurons au site LPR09.

Les anomalies magnétiques observées aux îles Canaries ont donc probablement un effet négligeable sur l'enregistrement de la direction et de l'intensité magnétique par les laves de ces îles.

#### **V.B.2.b) Estimation de la composante non-dipolaire**

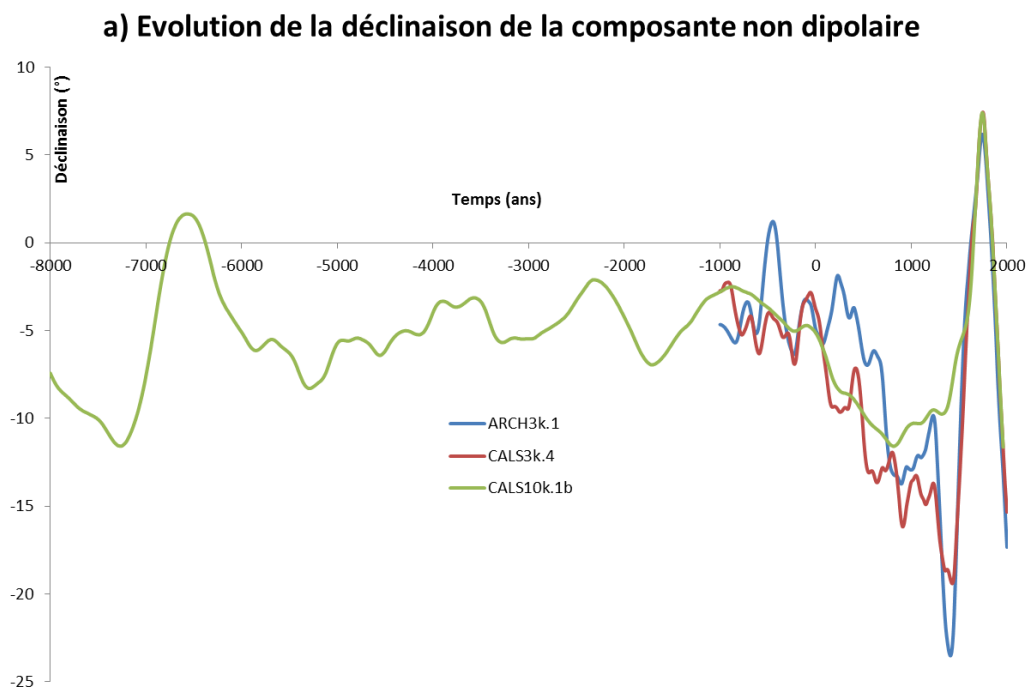
Le champ magnétique terrestre peut se décomposer en une composante dipolaire dominante et une composante non dipolaire plus faible. En pratique, cette composante reflète l'écart entre le champ magnétique terrestre réel et sa modélisation au premier ordre par un dipôle placé au centre de la Terre. Cette composante non dipolaire est largement variable dans l'espace, comme illustré dans le Chapitre I par les travaux de *Butler (1992)*. Elle peut être moyennée par les sédiments mais elle est enregistrée par les laves en raison de leur refroidissement rapide.

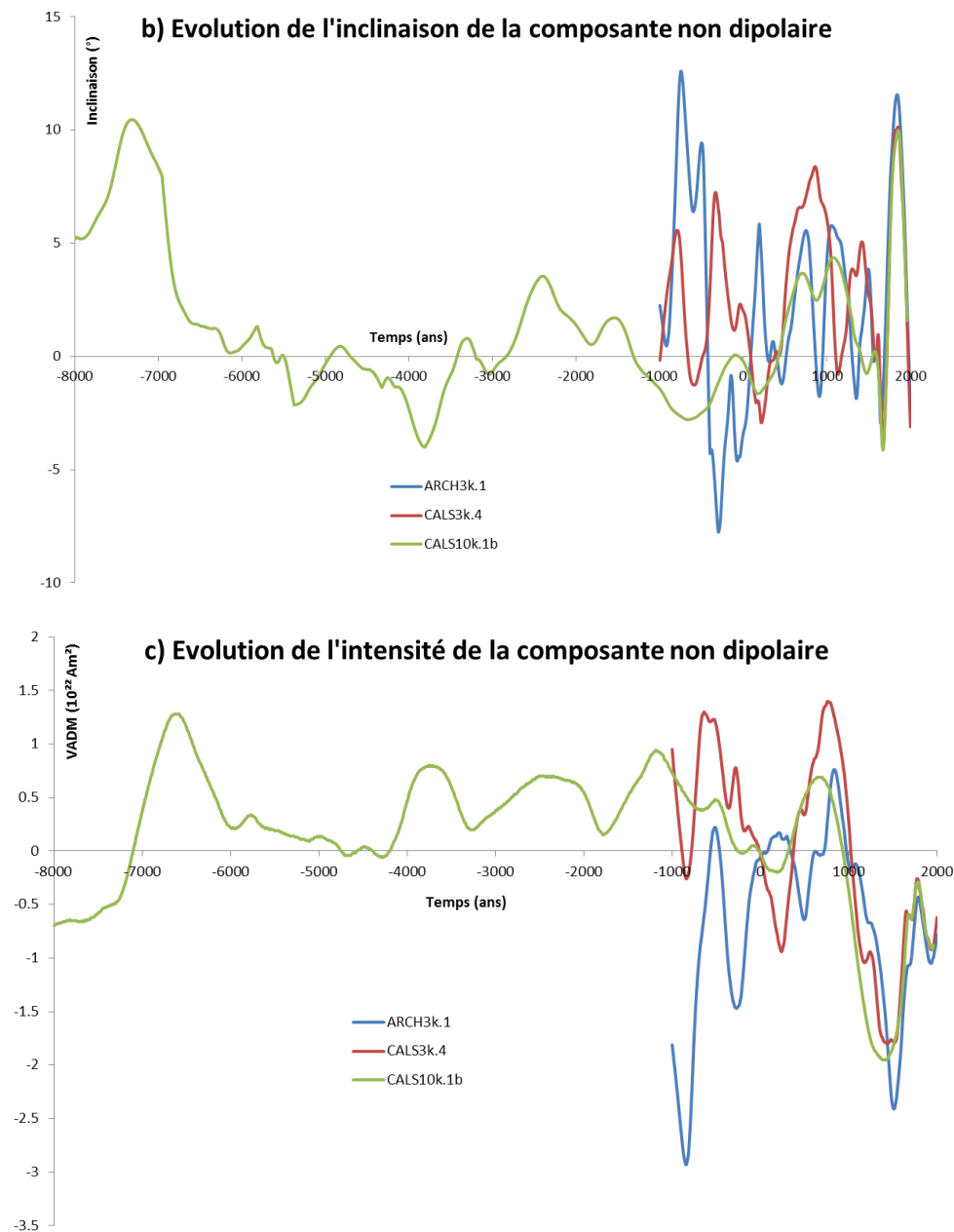
Nous avons essayé d'évaluer cette composante non dipolaire aux îles Canaries à partir de l'étude des modèles CALS10k.1b (*Korte et al., 2011*), CALS3k.4 (*Korte et Constable, 2011*) et ARCH3k.1 (*Donadini et al., 2009*).

Les modèles CALS10k.1b et CALS3k.4 sont construits à partir de données sédimentaires lacustres et archéomagnétiques et remontent respectivement jusqu'à 10 et 3 ka. Sur les 3 derniers ka, les résultats fournis par ces 2 modèles sont globalement cohérents (*Figure V.10*). Les quelques différences observées entre ces 2 modèles sont principalement

dues à la résolution temporelle inférieure de CALS10k.1b (environ 500 ans). Le modèle ARCH3k.1 n'est construit qu'à partir des données archéomagnétiques et remonte jusqu'à 3 ka. Les données archéomagnétiques sont souvent plus précises (en âge et paléointensité) que les données sédimentaires (*Korte et Constable, 2011*). Néanmoins les données archéomagnétiques souffrent d'une faible distribution géographique (la plupart des données viennent de l'hémisphère Nord, en particulier d'Europe) pouvant engendrer des biais dans les résultats des modèles (*Korte et al., 2009*). Les enregistrements sédimentaires ont quant à eux une meilleure répartition géographique (*Korte et Constable, 2011*). Ceci peut expliquer les différences constatées entre ARCH3k.1 et CALS3k.4.

Pour chacun de ces modèles nous avons pris les coordonnées moyennes des îles Canaries (28°N ; 344°E) et avons soustrait, pour chaque paramètre décrivant le vecteur champ magnétique (déclinaison, inclinaison, intensité), les valeurs obtenues en utilisant tous les coefficients modélisant le champ magnétique terrestre à celles obtenues en n'utilisant que les coefficients modélisant le dipôle ( $g_1^0$ ,  $g_1^1$  et  $h_1^1$ ). Les courbes obtenues reflètent l'évolution de la composante non dipolaire dans le temps aux îles Canaries (*Figure V.10*).





**Figure V.10 :** Estimation de l'évolution en intensité de la composante non dipolaire au niveau des îles Canaries sur les 10 dernier ka par utilisation des modèles CALS10k.1b, CALS3k.4 et ARCH3k.1. a) Déclinaison, b) Inclinaison, c) Intensité.

Malgré leurs différences, ces modèles s'accordent sur le fait que la composante non dipolaire est largement variable dans le temps que ce soit en direction ou intensité. En effet sur l'intervalle  $[-8000 ; -1000]$  ces modèles prédisent des variations de déclinaison comprises entre  $-12^\circ$  et  $+2^\circ$ , et des variations d'inclinaison comprises entre  $-4^\circ$  et  $10^\circ$ . Sur ce même intervalle, l'intensité varie quant à elle de  $-0,7$  à  $1,3 \cdot 10^{22} \text{ Am}^2$ . Sur la base des données de GLOPIS-75 (Laj et al., 2004), calibrées à partir de données volcaniques et archéomagnétiques

provenant de différentes régions, le champ magnétique terrestre varie globalement entre 7 et 11. 10<sup>22</sup> Am<sup>2</sup> sur cette même période. La composante non dipolaire au niveau des îles Canaries peut donc atteindre un cinquième de la valeur de l'intensité du champ magnétique dipolaire sur cette période, soit une partie non négligeable du signal total mesuré sur une lave.

Cette même composante non dipolaire du champ magnétique semble également avoir connu des périodes de stabilité aux îles Canaries. Ainsi, *Széréméta et al. (1999)* ont mis en évidence une période de faible variation séculaire à El Hierro entre 440 et 260 ka d'après la faible dispersion de pôles géomagnétiques virtuels.

Aucune donnée n'est disponible pour quantifier la composante non dipolaire sur l'intervalle de temps étudié (20-200 ka). Deux options s'offrent alors à nous pour savoir si l'intensité magnétique enregistrée par nos échantillons est très influencée par la composante non dipolaire :

- Utiliser les courbes synthétiques magnétiques issues des données sédimentaires. Ces courbes, de par la diversité géographique des données, ne fournissent que l'évolution relative de la composante dipolaire du champ magnétique terrestre. Des couples âges-paléointensité excessivement éloignés de ces courbes peuvent alors traduire une composante non dipolaire importante pour ces échantillons. Ceci n'est cependant pas systématique car l'amplitude réelle du signal magnétique est parfois diminuée par lissage lorsqu'elle est enregistrée par les sédiments.
- Utiliser les données volcaniques. Pour cela, il faut disposer d'un ensemble de données volcaniques provenant de différents endroits du globe, d'âge et d'intensité magnétique comparables (aux barres d'erreur près et si ces dernières ne sont pas trop grandes). Si plusieurs données volcaniques satisfont à ces conditions alors elles peuvent contribuer à la validation d'un point d'intensité magnétique dans le temps.

La comparaison de nos données avec les autres données volcaniques/archéomagnétiques disponibles et avec les courbes sédimentaires sont effectuées dans les parties suivantes. Un traitement de la base de données est nécessaire au préalable pour ne prendre en compte que les données bien datées et bien contraintes en intensité. C'est cette première étape qui est décrite ci-après.



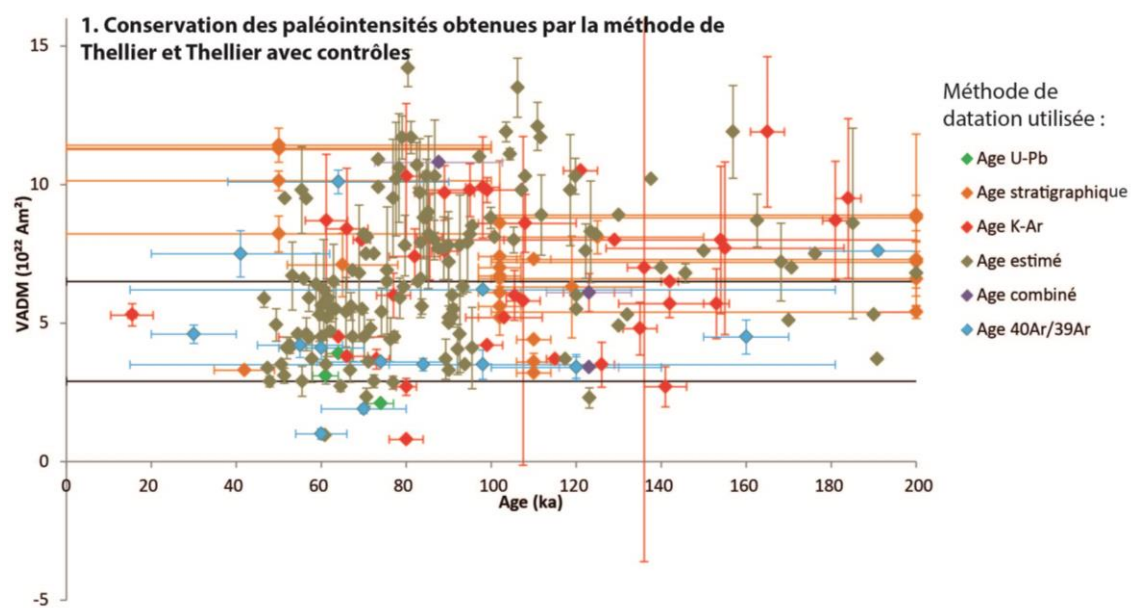
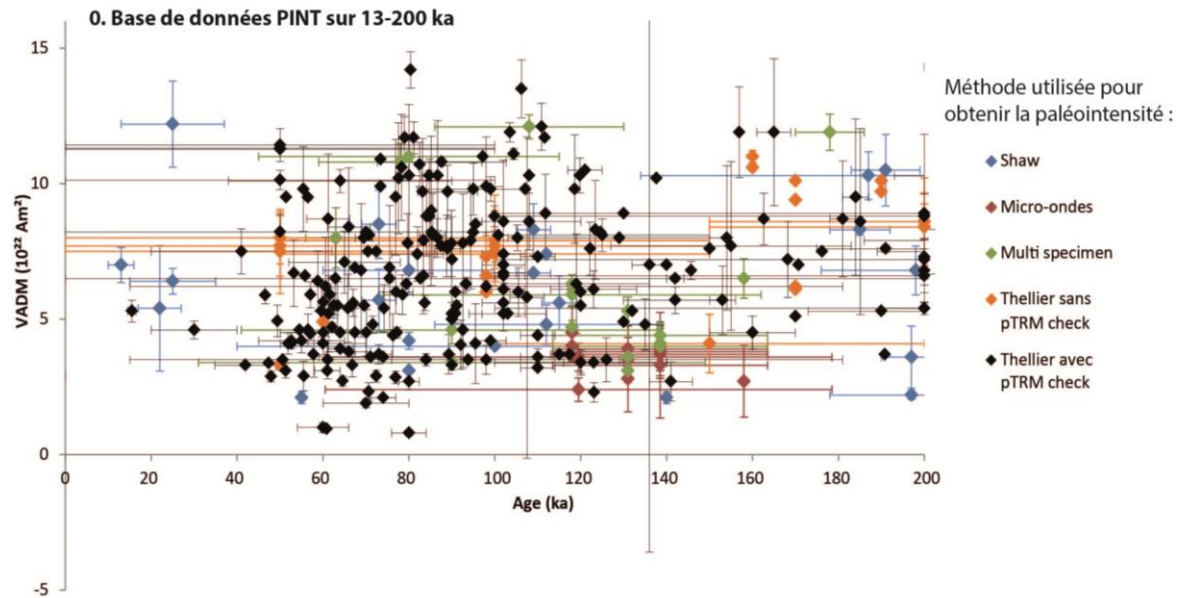
### **V.B.2) Sélection des couples âge-paléointensité sur 13-200 ka**

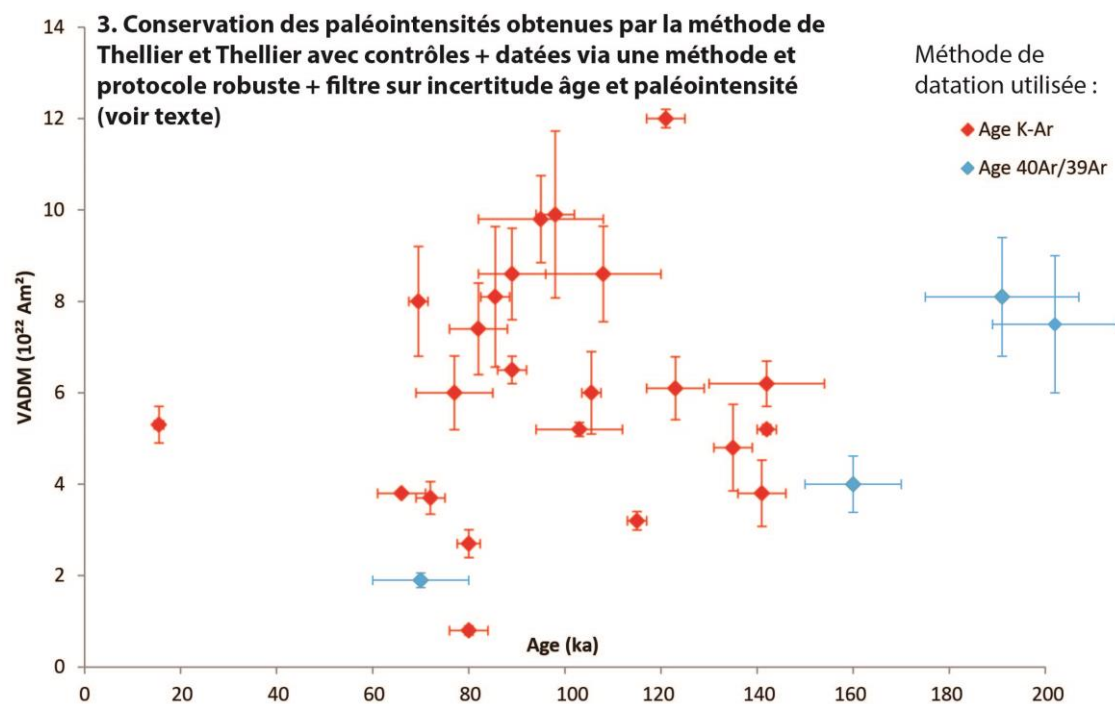
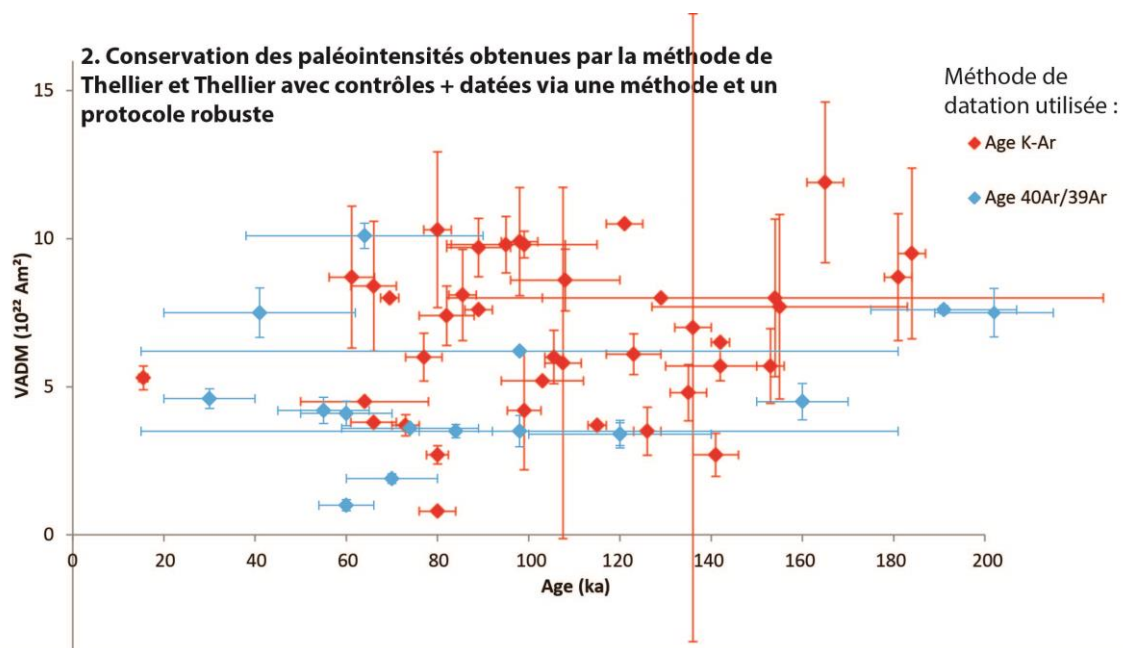
Nous avons entrepris de sélectionner les couples âges-paléointensité robustes disponibles sur la base de données PINT (Absolute Paleointensity Database) (*Biggin et al., 2009*). Ces couples ont par la suite été ajoutés aux nôtres et comparés aux courbes synthétiques sédimentaires disponibles sur notre intervalle d'étude.

Les données archéomagnétiques et volcaniques disponibles sur les 13 premiers ka ont déjà été largement utilisées pour calibrer GLOPIS-75 (*Laj et al., 2004*). Pour cette raison, nous nous limitons à l'intervalle 13-200 ka, où seules des données volcaniques sont disponibles (les données archéomagnétiques sont rares au-delà de 13 ka). Sur cet intervalle, la base de données PINT recense 387 couples âge-paléointensité. Cependant, seul un nombre limité de ces couples satisfait aux critères de validation que nous détaillons ci-dessous. Notre tri et sélection de la base de données se fait en 4 étapes (*Figure V.11*) :

1. Nous avons dans un premier temps sélectionné les échantillons pour lesquels la paléointensité a été obtenue par méthode de Thellier et Thellier avec étapes de contrôle, soit 274 échantillons. Nous avons choisi de retenir les échantillons obtenus par cette méthode pour les mêmes raisons que celles évoquées dans le Chapitre III.
2. Dans un second temps nous avons analysé la façon dont l'âge des 274 échantillons a été obtenu. L'obtention de points d'ancrage nécessitant des couples solidement contraints, les sites pour lesquels la composante chronologique n'est pas une date absolue découlant de méthode de datation radiométrique ont été écartés. Sont ainsi écartés les âges déduits soit à partir des taux d'extrusion, soit de la cyclostratigraphie, cette dernière n'étant pas indépendante des variables climatiques. Concernant les âges radiométriques, seuls ceux obtenus sur mésostase triée ont été conservés. L'étude ardéchoise illustre bien l'impact considérable que certains minéraux contenus dans les laves peuvent avoir sur l'âge d'un échantillon. D'où l'élimination des couples dont l'âge repose sur une datation faite sur roche totale. A l'issue de cette étape, 55 couples sont conservés.
3. Enfin, parmi les résultats sélectionnés au cours des deux premières étapes, nous avons écarté les couples pour lesquels l'incertitude en âge et/ou paléointensité est trop élevée. Pour l'incertitude liée à la paléointensité, nous avons utilisé l'écart type des valeurs de champ/valeur moyenne du champ (noté  $\sigma B/B$ ) et avons fixé la limite supérieure à 20%, soit la même limite que pour nos sites canariens. Nous avons procédé de même pour les âges et avons éliminé ceux dont l'incertitude de l'âge/âge (noté  $\sigma \text{âge}/\text{âge}$ ) est supérieure à 15%. Cette valeur limite a été retenue car elle correspondait à un compromis satisfaisant entre précision sur l'âge et nombre de points conservés à partir de la base de données PINT. A l'issue de cette sélection, 27 couples sont conservés. Enfin, quelques-uns de ces couples, dont le report dans la

base de données PINT était erroné, sont corrigés grâce aux données issues des publications.

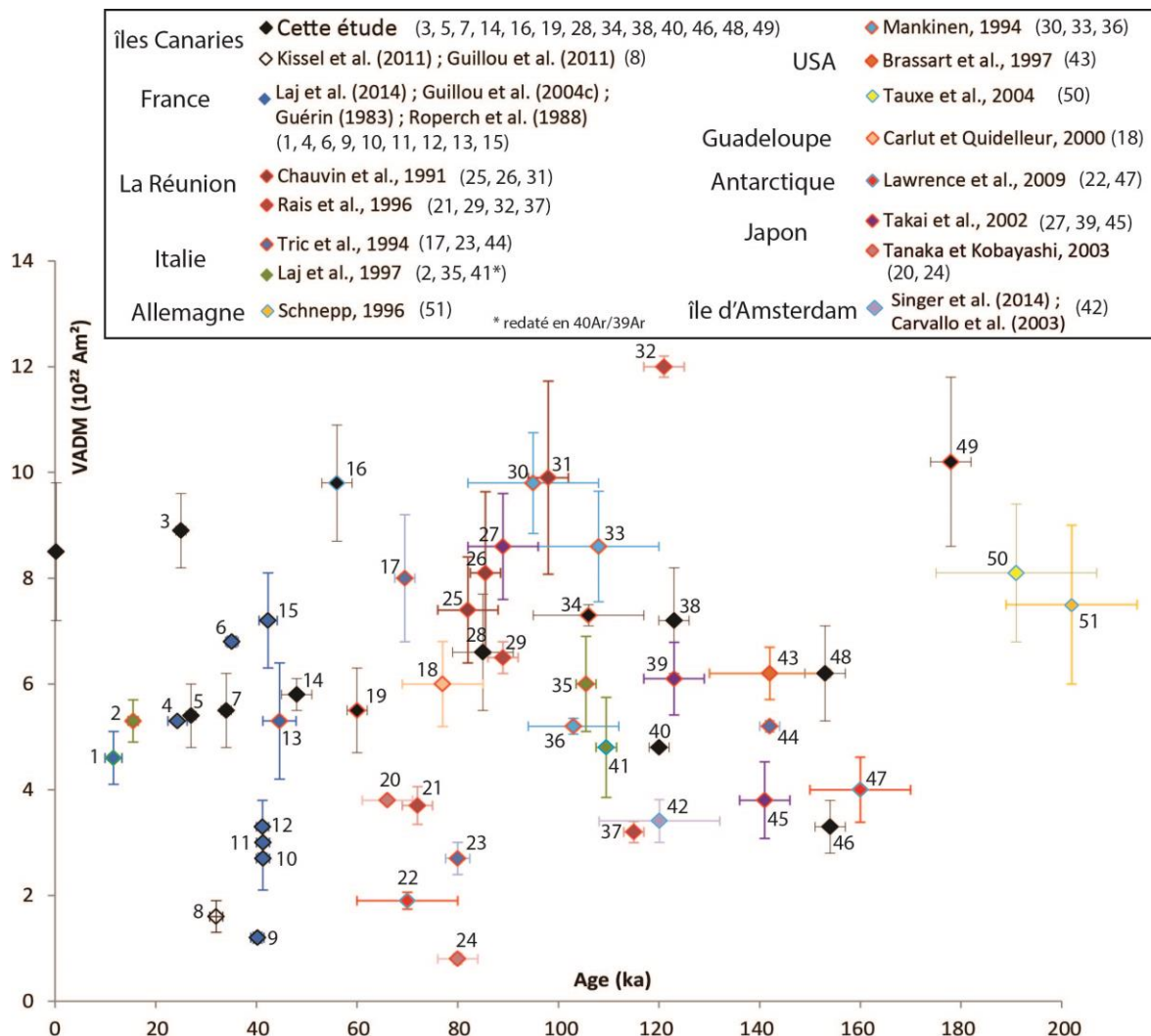




**Figure V.11 :** Processus de sélections des couples âge-paléointensité parmi la base de données PINT (Biggin et al., 2009). Voir texte ci-dessus pour plus d'explications.

- Aux 27 couples retenus, nous en avons ajouté d'autres issus de 2 études non renseignées dans la base de données PINT et provenant du Massif Central (Laj et al., 2014) et de Tenerife (Kissel et al., 2011 ; Guillou et al., 2011), lorsqu'il vérifient les critères imposés sur  $\sigma_B/B$  et  $\sigma_{\text{âge}}/\text{âge}$  (Figure V.12). Nous avons également remplacé à

l'âge de  $120 \pm 12$  ka obtenu par *Singer et al. (2014)* l'intensité obtenue par *Carvallo et al. (2003)* à l'île d'Amsterdam, initialement attribuée à l'excursion du Mono Lake.



**Figure V.12 :** Couples âge-paléointensité retenus sur 0-200 ka. La couleur de l'encadré fait référence à la méthode de datation utilisée : rouge pour le K-Ar, bleu pour l' $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , noir pour K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  combinés, et vert pour la thermoluminescence. Les couples sont numérotés pour faciliter la suite de la discussion.

De cette sélection, nous recensons 38 couples âge-paléointensité disponibles sur l'intervalle 0-200 ka, auxquels il faut ajouter les 13 couples obtenus dans ce travail (la coulée historique n'est ici pas comptée). Il est à noter qu'avec cette étude, nous incrémentons le nombre de données ainsi sélectionnées dans la base de données mondiale d'environ 30%.

La majorité des points retenus (51%) est datée uniquement par K-Ar. Les points datés exclusivement par  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  représentent 14% des cas. Les points dont l'âge est obtenu en combinant datations K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  représentent 33% des cas, soit 17 échantillons dont 9 issus de cette étude (les 2% restant correspondent à l'âge obtenu par thermoluminescence). L'ensemble des données retenues est présenté dans la *Table V.6*. En incluant l'ensemble des

points retenus et ceux de notre étude, 22 couples se situent dans l'intervalle 0-80 ka (80 ka non inclus et la coulée historique n'est ici pas comptée), et 29 couples dans l'intervalle 80-200 ka. Bien que cette étude ait apporté 6 couples supplémentaires sur ce dernier intervalle de temps, on constate un déficit de données robustes au-delà de 160 ka.

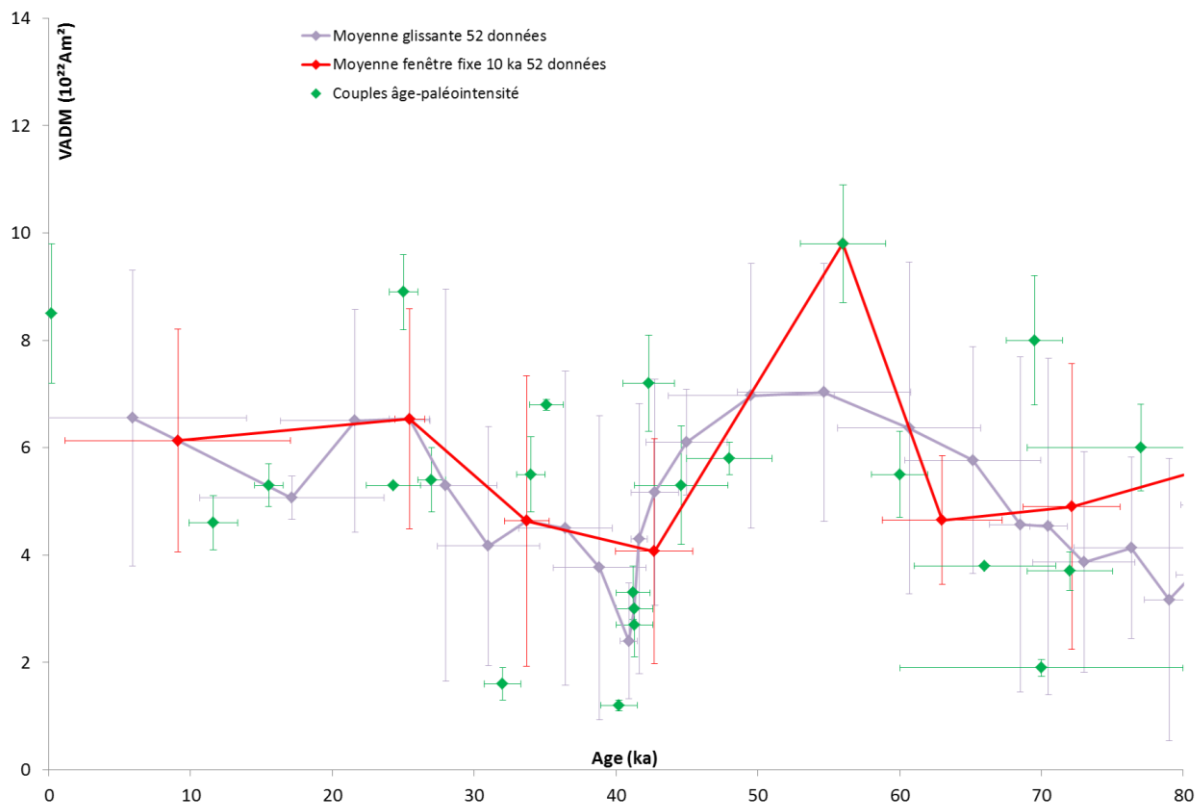
*Table V.6 : Données âge-paléointensité retenues sur 0-200 ka.*

Age (ka)	Erreur âge (ka)	VDM/VADM (10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> )	erreur VADM/VDM (10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> )	Localité	Auteur
11,6	1,7	4,6	0,5	France	Laj et al., 2014 ; Guérin, 1983
15,5	1,0	5,3	0,4	Italie	Laj et al., 1997
24,3	1,9	5,3		France	Laj et al., 2014
25,0	1,0	8,9	0,7	île Canaries	Cette étude
27,0	1,0	5,4	0,6	île Canaries	Cette étude
32,0	1,3	1,6	0,3	île Canaries	Kissel et al., 2011 ; Guillou et al., 2011
34,0	1,0	5,5	0,7	île Canaries	Cette étude
35,1	1,2	6,8	0,1	France	Laj et al., 2014
40,2	1,3	1,2	0,1	France	Guillou et al., 2004 ; Roperch et al., 1988
41,2	1,2	3,3	0,5	France	Laj et al., 2014
41,3	1,3	2,7	0,6	France	Laj et al., 2014
41,3	1,3	3,0		France	Laj et al., 2014
42,3	1,8	7,2	0,9	France	Laj et al., 2014
44,6	3,3	5,3	1,1	France	Laj et al., 2014
48,0	3,0	5,8	0,3	île Canaries	Cette étude
56,0	3,0	9,8	1,1	île Canaries	Cette étude
60,0	2,0	5,5	0,8	île Canaries	Cette étude
66,0	5,0	3,8		Japon	Tanaka et al., 2003
69,5	2,0	8,0	1,2	Italie	Tric et Valet, 1994
70,0	10,0	1,9	0,2	Antarctique	Lawrence et al., 2009
72,0	3,0	3,7	0,4	La Reunion	Rais et al., 1996
77,0	8,0	6,0	0,8	Guadeloupe	Carlut et Quidelleur, 2000
80,0	2,4	2,7	0,3	Italie	Tric et Valet, 1994
80,0	4,0	0,8	0,1	Japon	Tanaka et al., 2003
82,0	6,0	7,4	1,0	La Reunion	Chauvin et al., 1991
85,0	6,0	6,6	1,1	île Canaries	Cette étude
85,5	3,0	8,1	1,5	La Reunion	Chauvin et al., 1991
89,0	3,0	6,5	0,3	La Reunion	Rais et al., 1996
89,0	7,0	8,6	1,0	Japon	Takai et al., 2002
95,0	13,0	9,8	1,0	USA	Mankinen, 1994
98,0	4,0	9,9	1,8	La Reunion	Chauvin et al., 1991
103,0	9,0	5,2	0,2	USA	Mankinen, 1994
105,5	2,0	6,0	0,9	Italie	Laj et al., 1997
106,0	11,0	7,3	0,2	île Canaries	Cette étude
108,0	12,0	8,6	1,0	USA	Mankinen, 1994
110,0	2,0	4,8	0,9	Italie	Laj et al., 1997 , redaté en <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar
115,0	2,0	3,2	0,2	La Reunion	Rais et al., 1996
120,0	2,0	4,8	0,0	île Canaries	Cette étude
120,0	12,0	3,4	0,4	île d'Amsterdam	Singer et al. (2014) ; Carvallo et al. (2003)
121,0	4,0	12,0	0,2	La Reunion	Rais et al., 1996
123,0	6,0	6,1	0,7	Japon	Takai et al., 2002
123,0	3,0	7,2	1,0	île Canaries	Cette étude
141,0	5,0	3,8	0,7	Japon	Takai et al., 2002
142,0	2,0	5,2	0,1	Italie	Tric et Valet, 1994
142,0	12,0	6,2	0,5	USA	Brassart et al., 1997
153,0	4,0	6,2	0,9	île Canaries	Cette étude
154,0	3,0	3,3	0,5	île Canaries	Cette étude
160,0	10,0	4,0	0,6	Antarctique	Lawrence et al., 2009
178,0	4,0	10,2	1,6	île Canaries	Cette étude
191,0	16,0	8,1	1,3	USA	Tauxe et al., 2004
202,0	13,0	7,5	1,5	Allemagne	Schnepp, 1996

### V.B.3) Traitement des données volcaniques sélectionnées

Les données volcaniques peuvent soit être utilisées telles qu'elles sont (méthode utilisée par *Laj et al. (2004)* pour caler GLOPIS-75 sur l'intensité du Laschamp), soit être moyennées entre elles ce qui permet notamment de minimiser l'influence de la composante non dipolaire. Pour obtenir un outil chronostratigraphique capable de quantifier des variations de signaux climatiques de l'ordre de quelques ka, moyenner les données volcaniques sur 100 ka comme l'ont fait *Valet et al. (2005)* avec SINT-2000 (courbe synthétique traitant une période beaucoup plus longue que celle de GLOPIS-75) n'est pas une approche adaptée. Dans cette étude, nous avons comparé la répartition en temps et en intensité des 52 données retenues (en prenant en compte la coulée historique) à celle de leurs moyennes. Nous avons utilisé 2 types de moyennes (*Figure V.13*) :

- Une moyenne glissante où la valeur d'âge obtenue en un point donné est issue de la moyenne de 3 données : celle de l'âge en question et celles des âges situés juste avant et juste après dans la chronologie. Un mode de calcul identique est utilisé pour la paléointensité.
- Une moyenne sur des fenêtres fixes de 10 ka juxtaposées dans le temps. Ceci revient parfois à utiliser les données individuelles compte tenu de l'inégale répartition temporelle de ces données.



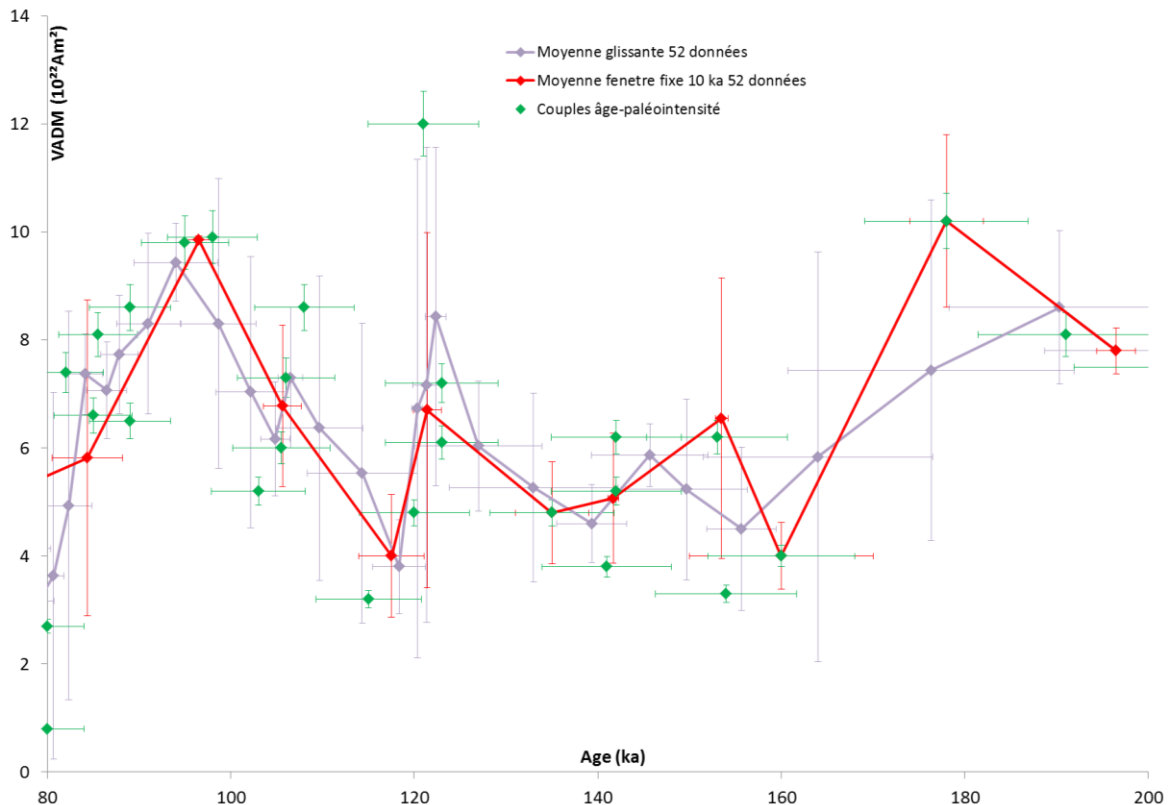


Figure V.13 : Comparaison des valeurs moyennes par rapport aux données individuelles.

L'utilisation des moyennes fournit des évolutions relativement proches de celle obtenue par les couples individuels mais elle aboutit cependant à des incertitudes en temps et en intensité souvent plus importantes que celles des points individuels (*Figure V.13*). De plus, l'utilisation des valeurs moyennes « lisse » les valeurs extrêmes, notamment pendant les excursions géomagnétiques. Ainsi, la baisse d'intensité de l'excursion du Laschamp et celle du Mono Lake sont mal documentées par les valeurs moyennes, sensiblement plus hautes que celles des points individuels (*Laj et al., 2014*) qui sont confirmées par les isotopes cosmogéniques (*Muscheler et al., 2004 ; Wagner et al., 2000*). L'utilisation de valeurs moyennes semble peu adaptée dans le cas des excursions qui sont des événements brefs et de grande amplitude. Ce lissage est également vrai pour les valeurs hautes. Ainsi la forte intensité enregistré par un de nos couples vers 56 ka est complètement lissée par la moyenne glissante. L'utilisation d'une moyenne sur fenêtre fixe ne permet de déceler cette valeur uniquement car elle la seule disponible sur son intervalle.

Afin de vérifier si le nombre de points retenus n'influe pas sur les résultats nous avons testé un deuxième jeu de données qui tient compte des points retenus à l'issue de la deuxième étape de tri de cette même base de donnée (*Figure V.11.2*) ainsi que de la totalité des couples présentés dans *Laj et al. (2014)* et *Kissel et al. (2011)* et de nos données. Ceci

inclus donc des points ayant des incertitudes relativement élevées. Au total 97 points (soit presque deux fois plus) sont retenus. Les caractéristiques observées sont très similaires à celles obtenues avec 52 données. Des moyennes pondérées ont également été utilisées à la place des moyennes classiques. Les résultats obtenus sont très similaires à ceux obtenus avec une moyenne classique.

Sur la base de ces observations, nous en déduisons que les valeurs moyennes fournissent des points moins précis que les points individuels et ont tendance à lisser le signal enregistré lors de variations brèves et de grande amplitude du champ magnétique. Pour ces raisons, nous préférons utiliser les couples âge-paléointensité sans les moyenner.

#### **V.B.4) Comparaison des données sédimentaires et volcaniques**

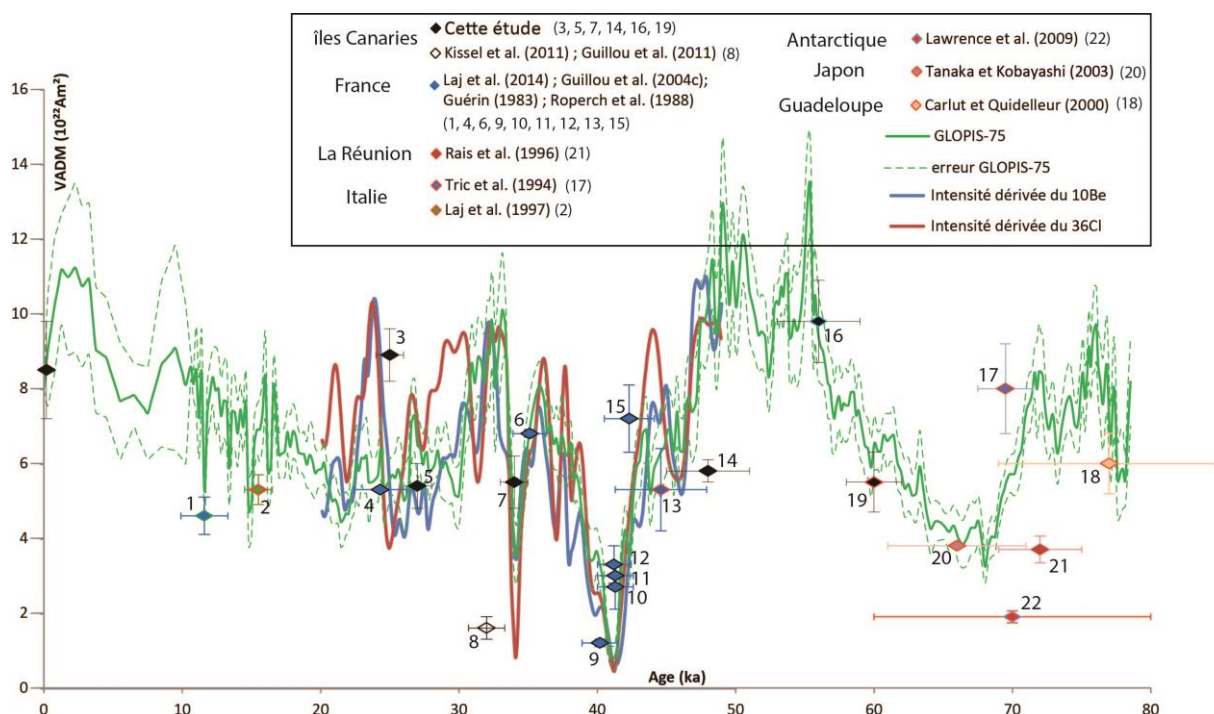
Afin de juger de l'apport des couples âge-paléointensité que nous avons sélectionnés (y compris ceux apportés par cette étude), nous les avons comparés aux courbes synthétiques sédimentaires, toujours en les séparant selon 2 intervalles : 0-80 ka et 80-200 ka.

##### **V.B.4.a) Sur 0-80 ka**

Sur cet intervalle, 3 courbes synthétiques sont disponibles GLOPIS-75 (*Laj et al., 2004*), PISO-1500 (*Channell et al., 2009*) et SINT-2000 (*Valet et al., 2005*). Comme cela a été montré dans le Chapitre I, GLOPIS-75 rend compte des variations du champ magnétique terrestre à plus haute résolution que PISO-1500 et SINT-2000. C'est donc GLOPIS-75 que nous retiendrons comme référentiel pour la période 0-80 ka, en prenant la version modifiée par *Laj et al. (2014)* pour la période de baisse d'intensité du Mono Lake afin de réconcilier les différents transferts d'un modèle d'âge glaciologique à un autre. En effet, *Laj et al. (2014)* ont récemment comparé des données volcaniques obtenues dans le Massif Central (France) autour des excursions du Mono Lake et du Laschamp (comprises sur l'intervalle 30-45 ka) avec GLOPIS-75 et ont montré que les variations d'intensité obtenues à partir des laves, des sédiments et des isotopes cosmogéniques dans les glaces sont toutes cohérentes.

La comparaison des données volcaniques sélectionnées avec GLOPIS-75 et les isotopes cosmogéniques est présentée en *Figure V.14*.





*Figure V.14 : Comparaison des données volcaniques retenues sur 0-80 ka avec GLOPIS-75 (Laj et al., 2004) et les isotopes cosmogéniques  $^{10}\text{Be}$  (Muscheler et al., 2004) et  $^{36}\text{Cl}$  (Wagner et al., 2000). L'échelle de temps utilisée est GICC05 de NorthGrip.*

On constate une répartition temporelle inégale des données sur cet intervalle de temps. Seize points sont disponibles dans la base de données pour cette période de temps, auxquels nous rajoutons 7 points par cette étude (dont un correspondant à la coulée historique déjà discutée ci-dessus et non compté comme point de calage). Deux sont datés dans l'intervalle 10-20 ka. Nous avons choisi de ne pas investiguer cet intervalle puisque la courbe continue présentée ici (partie la plus récente de GLOPIS-75) est déjà soit une synthèse des données volcaniques et archéomagnétiques (0-10 ka) soit un calage entre 10-20 ka de la courbe sédimentaire sur la courbe synthétique volcanique (Laj et al., 2004). Nous ne reviendrons donc pas sur cet intervalle. Parmi les 20 points disponibles pour la période antérieure (20-80 ka), 13 (dont 3 des îles Canaries) sont répartis entre 20 et 50 ka (dont 4 synchrones avec l'excursion du Laschamp) alors que seuls 7 points (dont 3 des îles Canaries) sont disponibles pour l'intervalle 50-80 ka.

Il apparaît que les points retenus présentent globalement une bonne cohérence avec GLOPIS-75 (Figure V.14) ainsi qu'avec les intensités issues des isotopes cosmogéniques dans les glaces du Groenland (Muscheler et al., 2004 ; Wagner et al., 2000). Les points (14), (16) et (19) que nous apportons ici sont particulièrement importants car ils correspondent à une période précédemment très pauvre en données chronologiques et magnétiques répondant à nos critères de sélection. En effet, ces 3 points épousent les changements d'intensité de la courbe sédimentaire. Ceci confirme la bonne calibration en temps et en intensité de GLOPIS-

75 au moins jusqu'à 70 ka. Aussi, l'accord des données canariennes avec la courbe globale sédimentaire et les courbes d'intensité du champ issues des isotopes cosmogéniques (n'enregistrant que l'évolution de la composante dipolaire du champ magnétique terrestre) confirme notre hypothèse de départ que la variation séculaire aux îles Canaries a peu d'influence sur les données obtenues.

Trois couples sont sensiblement éloignés de GLOPIS-75. Le couple (22) daté à  $70 \pm 10$  ka par *Lawrence et al. (2009)* est éloigné de GLOPIS d'environ  $1,5 \cdot 10^{22} \text{ Am}^2$ . Est-ce dû à une anomalie locale ou à une composante dipolaire particulièrement importante à cette époque en Antarctique ? Dans tous les cas, l'incertitude temporelle de ce point est trop grande pour contraindre l'évolution de l'intensité du champ magnétique terrestre de manière satisfaisante. Aussi, bien que les âges des points de *Lawrence et al. (2009)* ((22) et (47)) répondent a priori à nos critères de sélection, un examen plus complet des données géochronologiques module ce constat. Si l'on applique les critères que nous avons appliqués à nos propres données (et détaillés dans le chapitre III) pour la validation des âges plateaux, ces deux datations  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ne peuvent être retenues. En effet, les paliers de température correspondants au plateau représentent moins de 60% de l' $^{39}\text{Ar}$  dégazé et les spectres d'âge sont fortement perturbés. Les deux autres couples, bien qu'éloignés de GLOPIS-75 sont en accord avec les isotopes cosmogéniques :

- La donnée (8) obtenue par *Kissel et al. (2011)* et *Guillou et al. (2011)* à Tenerife est associée au Mono Lake. Combinée à d'autres données obtenues et/ou rassemblées par *Laj et al. (2014)*, elle montre que les sédiments, même à fort taux d'accumulation tels que ceux considérés pour la construction de GLOPIS-75, peuvent avoir des difficultés à enregistrer un événement aussi bref de façon complète.
- La donnée (3) datée à  $25 \pm 1$  ka est obtenue pendant une période où les isotopes cosmogéniques affichent un pic d'intensité non enregistré par GLOPIS-75. Il n'est également pas visible dans les courbes synthétiques PISO-1500 et SINT-2000. Ce pic correspond à un taux de production faible des isotopes cosmogéniques dans la haute atmosphère. Est-ce lié à une intensité plus forte de la composante dipolaire du champ magnétique (la seule à moduler la production de ces isotopes) ou à un autre phénomène externe à notre planète? Notre point semble suggérer une intensité forte du champ mal renseignée par les sédiments. Cependant, ce point n'étant obtenu pour l'instant qu'en une seule localité (îles Canaries), d'avantage de couples âge-paléointensité précis et provenant de divers lieux sont nécessaires sur cette période pour valider ou invalider cette observation.

Aussi, la donnée que nous avons datée à  $34 \pm 1$  ka (7) est parfaitement cohérente avec les données de GLOPIS-75, et des isotopes cosmogéniques  $^{10}\text{Be}$  et  $^{36}\text{Cl}$ . Elle permet ainsi de valider l'augmentation ou la baisse d'intensité observée au niveau de l'excursion du

Mono Lake. Malgré une faible incertitude sur son âge (1 ka), il est délicat de l'associer avec certitude à une de ces 2 phases étant donné la brièveté de cette excursion.

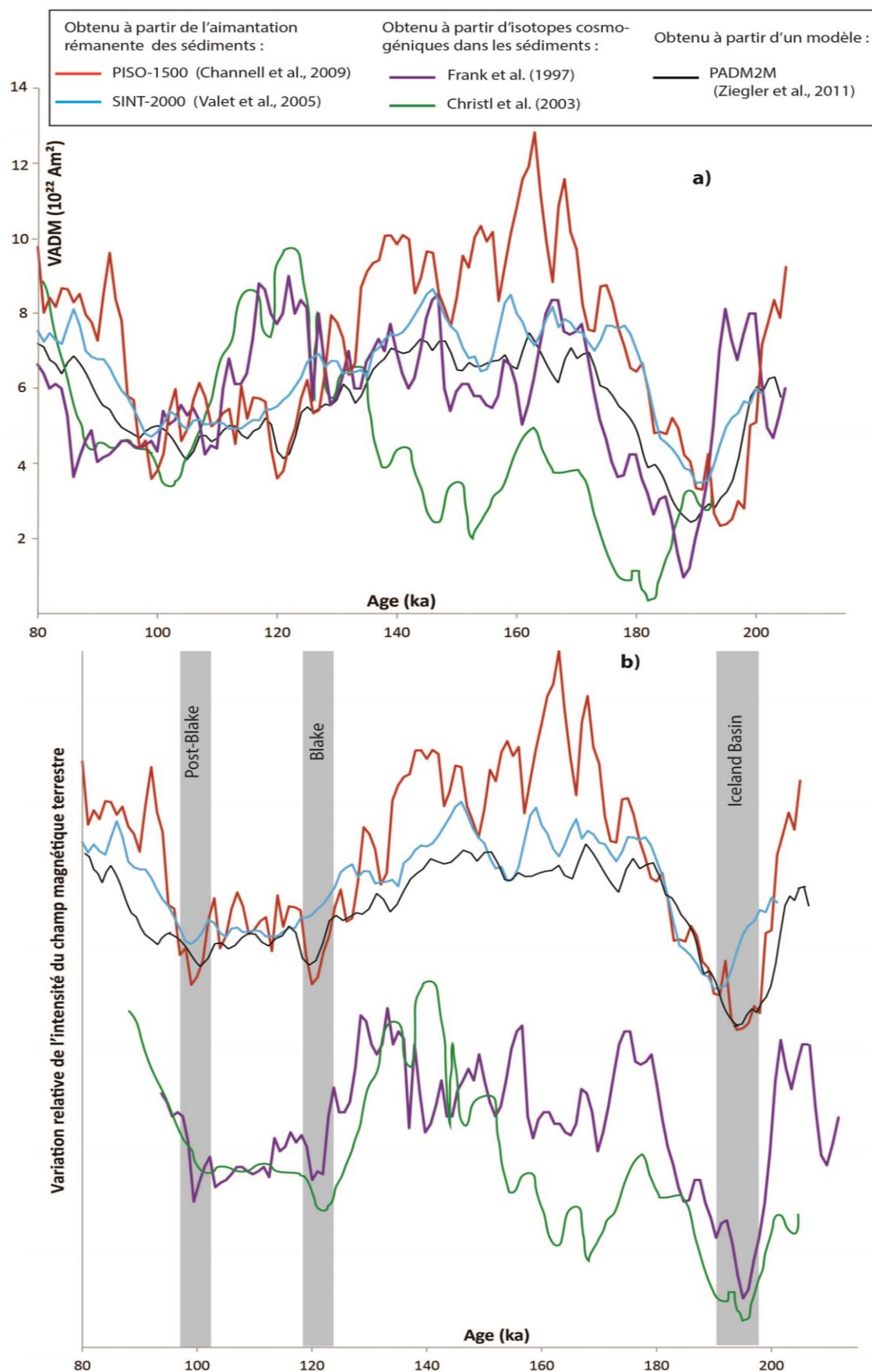
Les quelques couples retenus sur l'intervalle 50-75 ka permettent de fournir des informations et contraintes sur l'évolution de l'intensité du champ magnétique durant cette période :

- Suivant la même démarche que *Laj et al. (2014)*, nous pouvons calculer la baisse d'intensité du champ magnétique observée entre 72 et 66 ka grâce aux couples de *Tric et al. (1994)* (17) et *Tanaka et Kobayashi (2003)* (20). Nous estimons la vitesse décroissance à 5 nT/an sur cette période, soit une valeur cohérente avec celle estimée par *Laj et al. (2014)* à partir de GLOPIS-75 pour la première partie de cet intervalle (5-8 nT/an).
- A partir de 66 ka on constate une ré-augmentation de l'intensité, ce qui est confirmé par un de nos couples : RGC09 (19). Ce couple combiné à celui de *Tanaka et Kobayashi (2003)* (20) permet d'estimer un taux d'augmentation de l'intensité à 0,3 nT/an jusqu'à 60 ka.
- Les couples RGC09 (19) et LPR05 (16) que nous avons obtenus fournissent des contraintes temporelles et d'intensité permettant de valider la calibration de la courbe GLOPIS-75 sur une période où aucune autre donnée (respectant les critères que nous avons fixés) n'était disponible. Ces 2 couples permettent ainsi de confirmer l'augmentation d'intensité du champ magnétique terrestre observée à partir de 60 ka sur GLOPIS-75. Ils offrent également la possibilité de quantifier la vitesse de cette augmentation sur la période 60-56 ka, que nous estimons à 5,5 nT/an.

Ces données permettent donc d'estimer des vitesses de décroissance et d'augmentation du champ similaires de part et d'autre du minimum d'intensité vers 68 ka.

#### **V.B.4.b) Sur 80-200 ka**

Sur l'intervalle 80-200 ka, les données continues disponibles sont : 2 courbes sédimentaires « magnétiques » (PISO-1500 et SINT-200), 2 courbes sédimentaires « cosmogéniques » (*Frank et al., 1997* et *Christl et al., 2003*), et le modèle PADM2M (*Ziegler et al., 2011*). Ces données sont obtenues avec des résolutions temporelles différentes expliquant que certaines détectent plus de variations rapides de l'intensité du champ magnétique terrestre (notamment PISO-1500) que d'autres (*Figure V.15*).



**Figure V.15 :** Données continues disponibles sur 80-200 ka. a) Telles que fournies dans la littérature. b) En recalant les minima d'intensité du Blake et de l'Iceland Basin sur ceux visibles dans PISO-1500.

Il est à noter que pendant cette période, l'intensité du champ, d'après les courbes disponibles, varie beaucoup moins en amplitude que pendant la période précédente (*Figure V.15.a*) : entre 3,5 et 12.  $10^{22}$  Am<sup>2</sup> (sur PISO-1500 entre 80 et 200 ka) comparé à 0,5 - 14.  $10^{22}$  Am<sup>2</sup> (sur GLOPIS-75 entre 0 et 80 ka). Est-ce un effet de lissage ? Est-ce un effet de calibration insuffisante ? Est-ce le fait pendant la période récente de la présence des deux excursions du Laschamp et du Mono Lake (hors ces excursions, entre 0 et 80 ka, le champ varie entre environ 4 et 14  $10^{22}$  Am<sup>2</sup>) ? Si les données volcaniques sélectionnées sont en majorité en accord avec la courbe GLOPIS-75 dans la période 0-80 ka, elles montrent également que les variations d'intensité décrites par les deux autres compilations SINT-2000 (*Valet et al., 2005*) et PISO-1500 (*Channell et al., 2009*) pendant cette période ont été sous-estimées. Ces deux compilations peuvent donc également avoir lissé une partie des variations d'intensité sur 80-200 ka (ou bien avoir été insuffisamment calibrées en intensités absolues). Il en est peut-être de même pour les données de PADM2M, *Christl et al. (2003)*, et *Frank et al. (1997)* qui semblent de plus faible résolution que PISO-1500. Malgré cela, les baisses d'intensité associées aux excursions du Blake (100 et 120 ka) et de l'Iceland Basin (180-200 ka), plus marquée, restent visibles sur les 5 courbes disponibles (*Figure V.15.a-b*).

Le Blake se divise en 2 phases de faible intensité et directions transitionnelles : le Blake à 120 ka, et le Post-Blake à 100 ka (*Thouveny et al., 1990*). Elles sont séparées par une brève période de polarité normale (*Singer, 2014*). Ces 2 phases, nettement visibles sur PISO-1500 et les courbes issues des isotopes cosmogéniques, ne le sont pas sur SINT-2000 qui décrit juste un minimum assez large couvrant les 2 événements décrits (*Figure V.15.a-b*). Dans les 5 courbes présentées, le minimum d'intensité associé au Blake est beaucoup moins marqué que celui des deux excursions suivantes du Laschamp et du Mono Lake ou que celui de l'Iceland Basin. La valeur du minimum d'intensité atteinte lors de cette dernière excursion diverge selon les données. Ainsi les données isotopiques fournissent des valeurs proches de 0,5-1,0.  $10^{22}$  Am<sup>2</sup> alors que les modèles et données magnétiques fournissent des valeurs comprises entre 2,5 et 3,5.  $10^{22}$  Am<sup>2</sup>.

La *Figure V.15.b* a été obtenue en étirant ou compressant les courbes de *Frank et al. (1997)*, *Christl et al. (2003)* et PADM2M (SINT-2000 n'a pas été ajustée) afin de caler en première approximation les minima d'intensité atteints lors du Blake et de l'Iceland Basin avec ceux de PISO-1500, compilation la plus récente et possédant la meilleure résolution temporelle. Ceci permet notamment de déceler des déphasages temporels entre ces différentes courbes aboutissant parfois à des oppositions de phase entre certains signaux. Aussi, cela permet de constater que, une fois recalés sur ces minima, les 5 signaux présentent des évolutions similaires entre 80 et 140 ka. Au-delà de 140 ka, des évolutions différentes entre ces signaux, voire parfois des oppositions de phase persistent malgré ce recalage.

La *Figure V.15.a* permet de constater que les différences entre ces 5 signaux ne concernent pas que le déroulement temporel des fluctuations mais également les valeurs

d'intensité atteintes par ces dernières. En effet, les fluctuations des 5 courbes à long terme se font autour de valeurs d'intensité comparables entre 80 et 140 ka et cohérentes avec les valeurs moyennes des données volcaniques sur cet intervalle (*Figure V.16* plus loin). Au contraire, avant 140 ka, les fluctuations du signal magnétique enregistrées par PISO-1500 varient autour de  $9 \cdot 10^{22} \text{ Am}^2$  alors que pour SINT-2000, le signal oscille autour de  $7 \cdot 10^{22} \text{ Am}^2$  ce qui est plus en accord avec les données cosmogéniques de *Frank et al. (1997)* et le modèle PADM2M.

Les différences observées en intensité avant 140 ka sont-elles dues à des calibrations différentes en absolu ? Cela semble difficile compte tenu du fait que les niveaux moyens de fluctuation d'intensité sont relativement cohérents pour la période 0-80 ka. De plus, une partie du processus de calibration de PISO-1500 est identique à celui de SINT-2000 (courbe placée autour de la même valeur moyenne, voir I.B.1). Il se peut que pendant cette période correspondant principalement au stade isotopique 6, le signal magnétique sédimentaire ne soit pas suffisamment bien « filtré » de la variabilité climatique affectant également le contenu magnétique des sédiments.

Par ailleurs, les oppositions de phase entre ces différents signaux, notamment entre 150 et 170 ka pourraient être liées à un biais dans l'échelle de temps. Il faut également rappeler que la reconstitution des variations de l'intensité du champ magnétique terrestre à partir des isotopes cosmogéniques mesurés dans les sédiments n'est pas aussi directe que celle faite à partir des mêmes isotopes cosmogéniques mesurés dans les glaces. En effet, ces analyses passent par le même type de normalisation par le taux d'accumulation mais celui-ci est plus difficile à quantifier à haute résolution dans les sédiments que dans les glaces. Pour les études de *Frank et al. (1997)* et *Chistl et al. (2003)*, la normalisation a été faite par le Thorium 230 (permettant de s'affranchir de la redistribution latérale des sédiments). Ce ne sont pas non plus les mêmes sédiments qui ont servi à la réalisation des deux courbes. La reconstitution d'intensité de *Frank et al. (1997)* est obtenue à partir de 19 carottes (16 situées en Atlantique et 3 dans le Pacifique) alors que celle de *Chistl et al. (2003)* est obtenue à partir de 4 carottes (4 situées en Atlantique et 1 dans le Pacifique). Il se peut que des différences régionales soient à l'origine des divergences entre 140 et 180 ka.

Compte tenu de ces observations, nous traiterons séparément les périodes 80-140 ka et 140-200 ka dans la suite de cette analyse.

L'apport des données volcaniques permet de constater une cohérence globale moindre des données âges-paléointensité avec les données sédimentaires (*Figure V.16*) par rapport à ce que nous avons obtenu sur l'intervalle 0-80 ka avec GLOPIS-75. Comme précédemment expliqué, les données continues disponibles sont globalement cohérentes sur 80-140 ka (*Figure V.15*). Pour plus de clarté, nous utiliserons donc les 2 courbes les plus récentes PISO-1500 et SINT-2000.

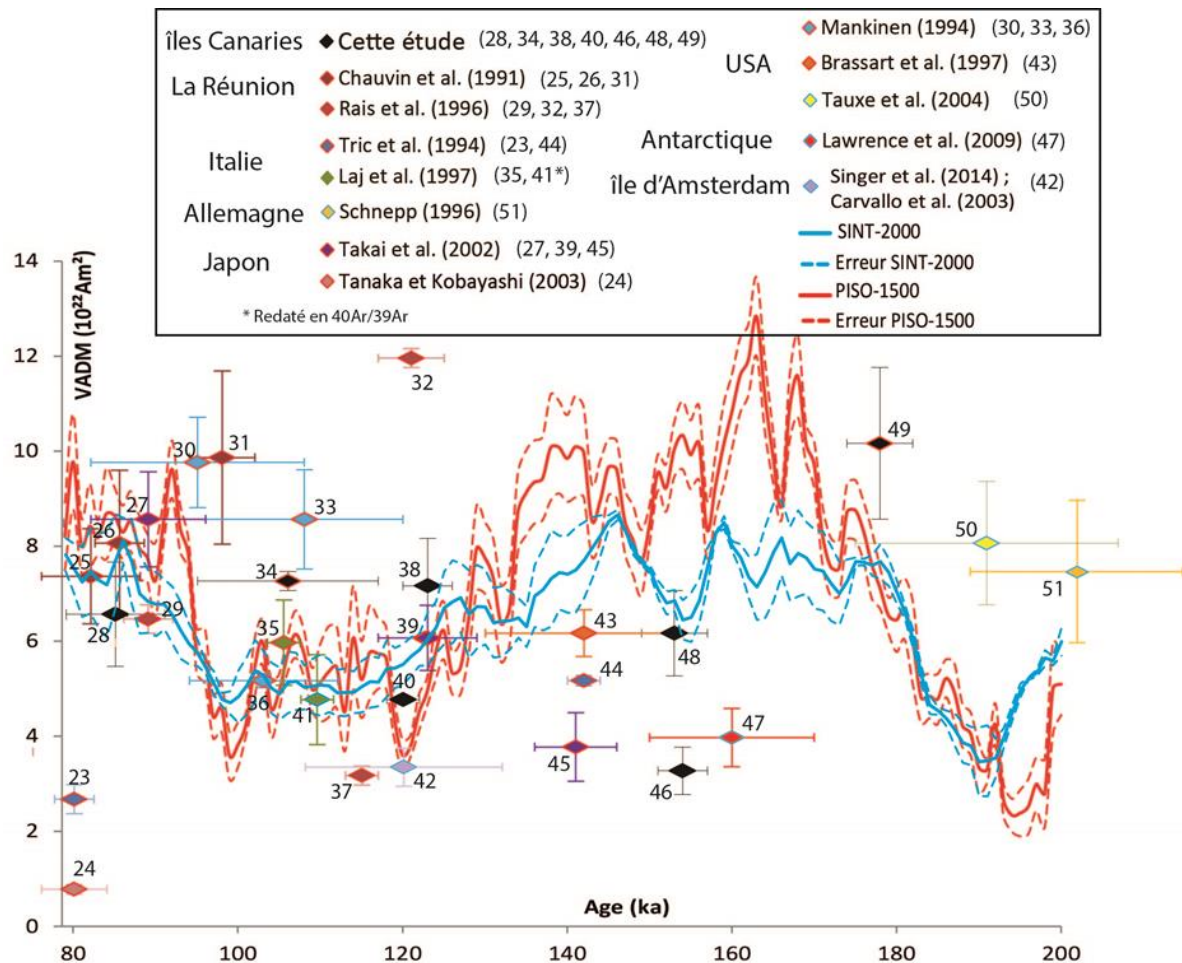


Figure V.16 : Comparaison des données volcaniques retenues sur 80-200 ka avec PISO-1500 et SINT-2000.

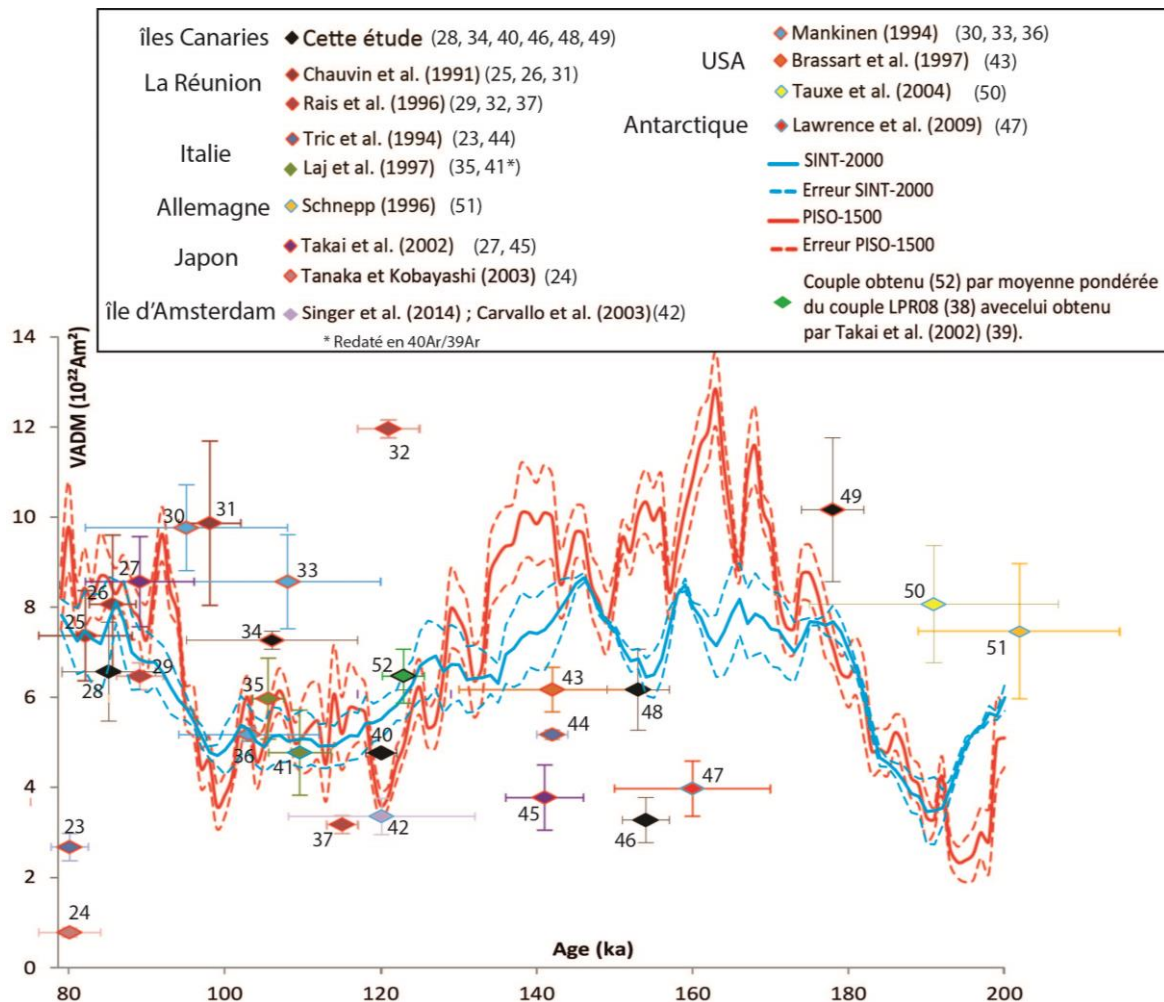
Cet intervalle contient l'excursion géomagnétique du Blake. Alors que cette excursion est généralement visible dans les enregistrements sédimentaires (Laj et Channell, 2007 ; Singer, 2014), elle demeure peu documentée dans les laves. En effet, jusqu'à présent, peu d'affleurements enregistrant cet événement ont été mis en évidence par les investigations géologiques. Les données volcaniques sélectionnées autour de Blake [(38), (39), (40), (42)] apportent de nouvelles informations sur cette excursion :

- Dans un premier temps, le point (42) permet de valider la période de faible intensité marquée par PISO-1500 (Figure V.16) et par les données cosmogéniques (Figure V.15). Ceci confirme également que la précision atteinte par SINT-2000 n'est pas suffisante pour bien repérer les variations d'intensité liées au Blake.
- Notre donnée LPR08 (38) possède le même âge et une intensité très proche de celle obtenue par Takai et al. (2002) (39) au Japon. Sur la base de cette observation, nous avons effectué la moyenne pondérée (en âge et intensité) de ces deux couples afin de minimiser, en ce point, l'impact éventuel de la composante non dipolaire et réduire l'incertitude temporelle (Figure V.17). Le point obtenu ( $123,0 \pm 2,7 \text{ ka}$  ;  $6,5 \pm$



0,6.  $10^{22}$  Am<sup>2</sup> ; (52)) montre que les courbes sédimentaires sont plutôt bien calibrées au moins pour le niveau de base de cette période.

- Les couples (52) et (42) permettent d'estimer que durant les 3 ka précédant le minimum d'intensité, l'intensité du champ magnétique terrestre a diminué d'environ 1nT/an.



Pour la période faisant suite au Blake (100-80 ka,) plusieurs données volcaniques, dont notre point (28), montrent que là aussi le niveau de base moyen des courbes sédimentaires est correct.

Sur le reste de l'intervalle 80-140 ka, quelques couples âge-paléointensité sont difficiles à intégrer :

- Autour de 80 ka, les points (23) et (24), issus respectivement d'Italie et du Japon, indiquent des intensités aussi faibles que pendant le Laschamp alors qu'aucune



excursion n'est attendue à cette période. Cet écart par rapport aux autres points de même âge se retrouve autour de 120 ka où une forte valeur d'intensité est obtenue sur une lave réunionnaise alors que son âge la place pendant l'excursion du Blake (point (32)). Ces points peuvent présenter jusqu'à  $7 \cdot 10^{22}$  Am<sup>2</sup> d'écart avec les données sédimentaires et avec les autres points volcaniques. Les différences d'intensité constatées sont-elles dues à des composantes non dipolaires très importantes ?, à des anomalies locales ?, à un excès ou perte d'argon affectant les datations ? Nous n'avons pas forcément accès dans la littérature à l'information complète sur les données individuelles donnant lieu à ces couples. Cependant, nous observons que ces points sont datés uniquement par la technique K-Ar. L'hypothèse d'âges sur-ou sous-estimés par excès ou perte d'argon reste donc possible. Etant donné leurs intensités, il faudrait rajeunir ces points d'environ 40 ka pour qu'ils soient cohérents avec les courbes sédimentaires. Ces points restent minoritaires puisqu'on constate que sur l'intervalle 80-140 ka, la majorité des points disponibles présente une bonne cohérence avec les courbes synthétiques, qui de ce fait semblent bien calibrées, au moins sur le long terme. Compte tenu de leur dispersion, ces points anormaux ne peuvent pas être utilisés pour calibrer les courbes synthétiques sédimentaires.

- L'incertitude en temps et/ou en intensité de certains points qui est relativement importante (malgré les critères de sélection utilisés) et rend donc difficile d'associer un point à un endroit unique sur les courbes sédimentaires, notamment lorsque celles-ci décrivent des variations rapides de petite amplitude. Ceci est particulièrement vrai pour les points situés entre 80 et 100 ka (voir par exemple les points (27), (30), (31), (33), (34) entre 90 et 110 ka).

Six couples âge-paléointensité sont disponibles sur l'intervalle 140-180 ka, dont 2 que nous avons obtenus dans cette étude. Ces points ont tous des intensités assez similaires à ce qui est observé pendant l'excursion du Blake et 3 de ces intensités (points (45), (46) et (47)) sont significativement plus faibles que celles prédites par les enregistrements continus sauf en ce qui concerne la compilation faite par *Christl et al. (2003)*, nettement inférieure aux autres (*Figure V.18*). Cependant lorsque cette courbe est étirée arbitrairement entre le Blake et l'Iceland Basin pour amener ces minima d'intensité en phase avec ceux de PISO-1500 (*Figure V.15.b*), les points volcaniques (45), (46) et (47) sont alors aussi d'intensité plus faible que ce que propose *Christl et al. (2003)*. Enfin, deux données volcaniques ((43), (48)) sont cohérentes avec les données de PADM2M, SINT-2000 et *Frank et al. (1997)*.

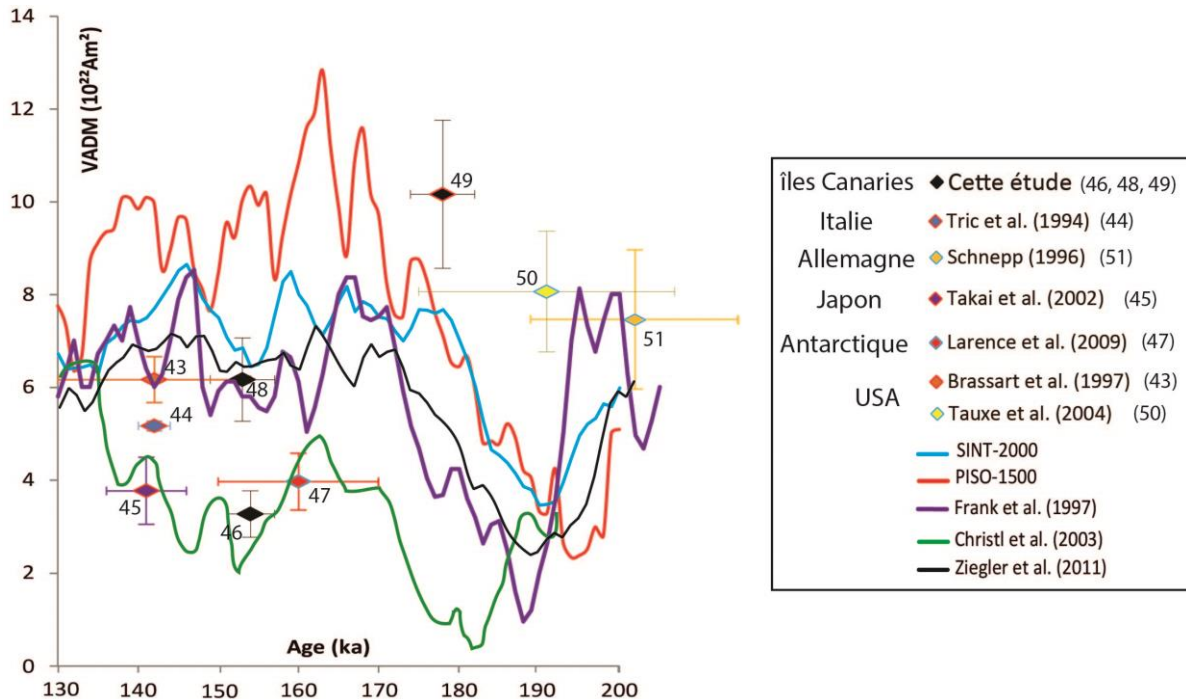


Figure V.18 : Comparaison des données volcaniques ponctuelles et des données continues de variation de l'intensité du champ magnétique terrestre entre 130 et 200 ka .

Aucun des 6 points volcaniques ne fournit d'information suffisamment solide pour nous permettre de valider le signal enregistré par une des 5 courbes. Dans l'état actuel des connaissances sur cette période, il n'est donc pas possible d'affirmer sans ambiguïté qu'une des courbes est plus représentative de la réalité qu'une autre. Il semble donc il faille plus de travail sur la période 140-180 ka pour résoudre le problème et comprendre l'origine de ces incohérences qui, comme mentionné plus haut, peuvent résulter de processus de normalisation pas entièrement efficaces.

Les points RGC08 (46) et RGC04 (48) sont intéressants car d'âge très proches mais leurs intensités diffèrent d'un facteur 2, ce qui laisserait à supposer une baisse d'intensité très rapide dans un intervalle de temps très bref autour de 155 ka. Cette baisse d'intensité est de plus associée à une direction paléomagnétique significativement différente de celle du GAD avec un écart angulaire de 31° pour le site RGC08, alors que celui-ci n'est que de 20° entre le GAD et la direction obtenue au site RGC04. L'ensemble de ces éléments suggère un écart géomagnétique très bref et supérieur à la variation séculaire « normale » aux îles Canaries. Cet épisode, s'il existe, est-il local aux îles Canaries ou global? Aucun des couples âge-paléointensité triés ne permet de valider ou d'invalider cette hypothèse puisqu'ils sont trop éloignés ou possèdent des incertitudes temporelles trop importantes (voir le couple de Lawrence et al. (2009) (47)). A l'heure actuelle peu d'études font état d'un événement géomagnétique vers 155 ka. Lee (1999) observe une brève période de polarité inverse entre 150 et 160 ka en étudiant des sédiments de la mer de Chine. Néanmoins, ceci est observé en

base de carotte et peut donc être lié à des perturbations du sédiment par le carottage. Plus récemment, *Kravchinsky et al. (2007)* détectent un rapide changement directionnel aux alentours de 146 ka en analysant des sédiments du Lac Baïkal (Russie). Enfin, *Scholger et Terhorst (2013)* mettent en avant un évènement géomagnétique vers 155-165 ka dans des loess autrichiens qu'ils associent à l'excursion d'Albuquerque. Les datations de laves provenant d'Albuquerque avaient fourni un âge  $^{238}\text{U}$ - $^{230}\text{Th}$  de  $156 \pm 29$  ka ( $2\sigma$ ) (*Peate et al., 1996*), avant d'être redatées en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  par *Singer et al. (2008)* à  $218 \pm 14$  ka, les plaçant ainsi durant l'excursion du Pringle Falls. Les échantillons datés par *Singer et al. (2008)* sont relativement pauvres en potassium et contiennent peu d'argon radiogénique (moins de 3%). Ainsi, l'erreur sur les âges pour chaque palier est proche de 50%. Ceci illustre que les âges obtenus sont dans ce cas proches des limites analytiques. Ces éléments, combinés à nos données, ne permettent pas de valider l'existence d'un évènement géomagnétique vers 155 ka mais ils relancent néanmoins la question. Les courbes synthétiques et enregistrements issus d'isotopes cosmogéniques manquent de cohérence vers 155 ka pour fournir un quelconque élément de réponse (*Figure V.18*). Aussi, si cet évènement est global, les carottes sédimentaires utilisées pour créer les courbes sédimentaires présentées en *Figure V.18* pourraient ne pas avoir la résolution temporelle nécessaire à l'enregistrement d'un évènement si rapide, ce qui expliquerait également qu'ils n'atteignent pas les intensités les plus faibles. L'ensemble de ces observations, trop peu nombreuses et/ou trop peu cohérentes, n'est donc pas suffisant pour valider ou invalider l'hypothèse d'un évènement géomagnétique bref.

De 180 à 200 ka, les 3 données volcaniques disponibles sont peu cohérentes avec les données sédimentaires (qui demeurent également peu cohérentes entre elles) et possèdent des incertitudes en temps et/ou en intensité trop importantes pour constituer des points de calage précis.

De manière générale, la non cohérence de l'évolution des enregistrements magnétiques au-delà de 140 ka, voire l'opposition de phase des signaux continus, rend très complexe l'interprétation des données. Davantage d'études sont nécessaires pour comprendre l'origine des différences observées et tenter d'obtenir une évolution fiable de l'intensité du champ magnétique terrestre sur cet intervalle. Pour l'heure, nous considérons que nous manquons encore d'un nombre suffisant de données pour décrire cette période et proposer une tentative d'interprétation ou de calage au-delà de 140 ka.

## **Conclusion et perspectives**

Les sites sélectionnés sur la base des âges K-Ar disponibles au LSCE et couvrant les derniers 200 ka sont situés aux îles Canaries (19 sites) et en Ardèche (14 sites). Deux conclusions différentes sont obtenues pour chacun de ces deux chantiers.

### **I. De l'intérêt de combiner deux méthodes de datation**

Les sites ardéchois ne se sont pas révélés favorables à l'obtention de couples âge-paléointensité et ne permettent donc pas de répondre à la problématique initiale qui était de fournir des points d'ancrage en âge et en intensité aux courbes sédimentaires. En effet les incertitudes calculées sur les âges demeurent trop importantes pour constituer un point d'ancrage temporel suffisamment précis. De plus, les quelques analyses de Thellier et Thellier effectuées révèlent une certaine difficulté pour obtenir des résultats de paléointensité exploitables au regard des critères de PICRIT-03. Ces résultats permettent cependant d'affiner la chronologie des événements éruptifs ayant eu lieu dans cette province.

L'étude géochronologique des laves ardéchoises a notamment montré combien il est indispensable de combiner les méthodes K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dès lors que l'on souhaite contribuer à la calibration des échelles de temps. Les résultats de nos datations montrent une incohérence entre âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  des coulées ardéchoises. Les âges K-Ar, bien que parfaitement reproductibles, sont systématiquement plus vieux que les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Cette erreur systématique est due à la présence d'excès d'argon dans la grande majorité des laves étudiées. Les observations macroscopiques et microscopiques combinées aux analyses géochimiques ont permis de déceler deux sources potentielles d'excès d'argon : une source mantellique et l'autre crustale.

Malgré ces évidences de contamination, les analyses isochrones des échantillons de mésostase chauffée d'environ 600 à 1200°C lors des mesures  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ne révèlent aucun excès d'argon puisque les valeurs du rapport  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}_{\text{initial}}$  sont statistiquement identiques à celle du rapport atmosphérique (295,5). Sur la base de ces observations, combinées avec les résultats des analyses géochimiques et des lames minces, nous supposons que l'excès d'argon responsable des différences entre les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  et K-Ar est localisé à la périphérie des grains ou dans des sites de rétention de basses températures, possiblement sous forme d'inclusions fluides ou d'inclusions de liquides magmatiques. En effet, cet excès d'argon non observé en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  est probablement éliminé lors du pré-dégazage des échantillons jusqu'à des températures proches de 600°C.

L'étude des directions magnétiques de ces laves a permis d'affiner la chronologie esquissée par les âges  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . En effet, les coulées du Sud de l'Ardèche sont très jeunes et

proches dans le temps (15 à 35 ka) avec des incertitudes temporelles (5 à 10 ka à  $2\sigma$ ) laissant supposer qu'une seule phase éruptive a eu lieu. Cependant, 2 directions magnétiques distinctes (écart angulaire de  $31^\circ$ ) sont enregistrées par les coulées du Sud de l'Ardèche, indiquant qu'en fait 2 phases éruptives se sont succédées pendant cette période. L'âge récent des phases éruptives du Sud est appuyé par des datations  $^{14}\text{C}$  effectuées sur des restes osseux piégés au sein de retombées volcaniques situées dans des cavités calcaires distantes de 30 à 50 km des volcans étudiés.

**Nous proposons ainsi que les volcans d'Ardèche s'édifient en 3 phases, la plus ancienne au Nord datée à  $180 \pm 30$  ka, et 2 phases plus récentes au Sud datées respectivement à  $31 \pm 4$  ka et  $24 \pm 8$  ka.**

La chronologie de cette province volcanique est d'un grand intérêt à certaines études archéologiques/paléontologiques actuellement en cours dans cette région. Ainsi, la grotte Chauvet, située à 35 km au Sud-Est de notre zone d'étude, est inscrite depuis peu au patrimoine mondial de l'UNESCO pour la richesse de son art pariétal. Cette grotte a connu 2 périodes d'habitation, 33000 - 29000 BP et 27000 - 25000 BP (âges  $^{14}\text{C}$ ) coïncidant avec les périodes d'activité des volcans du Sud de l'Ardèche tel que nous l'avons montré par nos analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ . Certaines gravures dans la grotte Chauvet suggèrent une éruption volcanique laissant supposer que ses habitants auraient pu assister à une ou plusieurs éruptions de ces volcans (étude en cours).

Bien que cette étude ait déjà affiné la chronologie du volcanisme ardéchois, ce travail peut encore être complété et approfondi. Dans cette optique, **il serait souhaitable de dater en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  certaines coulées qui n'ont pu l'être.** Cela permettrait de confirmer leur appartenance à l'une ou l'autre des phases éruptives et peut-être aussi d'affiner l'âge de ces phases. De même, une ou plusieurs nouvelles analyses sur des coulées déjà analysées pourraient diminuer leur incertitude temporelle et renforcer la justesse et la robustesse des âges obtenus.

Enfin, **ce travail montre l'importance de combiner les datations K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ .** Si les analyses  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  permettent de vérifier certaines hypothèses de base du chronomètre K-Ar, elles ont également un protocole de mesure beaucoup plus exigeant (irradiation préalable, durée d'analyse plus longue). Elles ne peuvent donc pas être effectuées aussi aisément que par le K-Ar qui reste un préalable intéressant car plus rapide à mettre en œuvre et fournissant des informations précieuses pour une future analyse  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  (difficulté de purification de l'échantillon, estimation de l'âge). Enfin, dans le cas d'âges cohérents entre ces deux méthodes, il est alors possible de les coupler pour obtenir un âge plus juste et plus précis.

## II. Apport des couples âge-paléointensité à la calibration des données sédimentaires

Pour les laves canariennes, la combinaison des données de paléointensité (méthode Thellier et Thellier associée aux critères de sélection PICRIT-03) et des âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  a permis d'obtenir 14 nouveaux couples âge-paléointensité (dont 9 datés conjointement en K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ).

L'anomalie magnétique locale aux îles Canaries, bien inférieure aux intensités enregistrées, a sans doute peu affecté l'enregistrement du champ magnétique régnant au moment de la mise en place de ces laves. De plus, même s'il est difficile de l'estimer pour la période de temps étudiée, il semble, au vu du bon accord avec les courbes synthétiques sédimentaires, que la variation séculaire ait été faible aux Canaries, ne biaisant ainsi que peu le signal mesuré. Celui-ci reflète donc principalement la composante dipolaire du champ qui nous intéresse pour cette étude. Les analyses de minéralogie magnétique ont montré que l'aimantation des laves étudiées est stable sur les derniers 200 ka et qu'une seule direction d'aimantation est identifiée dans la très grande majorité des cas. Enfin, les âges radiométriques de ces laves se sont révélés peu dépendants des différentes valeurs affectées aux standards et constantes utilisées dans leurs calculs. La justesse de ces âges est renforcée par l'utilisation couplée de 2 méthodes de datation.

Nos données ont été combinées à celles issues de la littérature et triées de manière à ne conserver que celles obtenues à partir de protocoles d'analyses robustes et suffisamment précises. Les 51 données retenues ont été comparées aux courbes sédimentaires disponibles sur 0-200 ka afin d'obtenir de nouvelles contraintes temporelles sur cet intervalle.

**Sur 0-80 ka, nos données permettent de confirmer la bonne calibration de GLOPIS-75 au moins jusqu'à 70 ka.** Ainsi, une donnée valide l'augmentation ou la baisse d'intensité lors du Mono Lake observée dans les sédiments et dans les glaces (isotopes cosmogéniques). **Aussi, 3 de nos données sont parfaitement cohérentes avec l'évolution du signal magnétique présentée par GLOPIS-75 entre 45 et 60 ka, mais jusqu'alors restée non validée par des données satisfaisant à nos critères de sélection.** Les données retenues sur cet intervalle permettent également de fournir des informations sur la dynamique du champ magnétique. Dans un premier temps, elles permettent de confirmer, cette fois-ci à partir de données d'intensité absolue, la vitesse décroissance de l'intensité du champ magnétique estimée à 5 nT/an entre 72 et 66 ka par *Laj et al. (2014)* sur la base des données sédimentaires. Elles permettent ensuite d'estimer la vitesse d'augmentation de l'intensité du champ magnétique d'abord à 0,3 nT/an entre 66 et 60 ka puis à 5,5 nT/an entre 60 et 56 ka.

**De 80 à 140 ka, les données obtenues sont globalement cohérentes avec les courbes sédimentaires. Notamment ces données permettent de confirmer la baisse d'intensité au moment de l'épisode « ancien » du Blake à 120 ka. Cette baisse d'intensité, bien documentée par PISO-1500 apparaît extrêmement lissée par SINT-2000. Ces éléments**

**indiquent que le niveau moyen de calibration de la courbe PISO-1500 est correct sur cette période.** Sur cet intervalle, plusieurs données aux incertitudes temporelles trop importantes ne peuvent être précisément associées à un endroit unique sur les courbes sédimentaires. Cette observation suggère que la méthode utilisée pour sélectionner les données selon leur précision est trop permissive pour les fortes valeurs (en âge ou intensité) et qu'il faudrait peut-être revoir ce critère à la baisse pour ces dernières.

**Au-delà de 140 ka, 2 données issues des îles Canaries semblent suggérer un évènement géomagnétique bref aux alentours de 155 ka.** Est-il local aux îles Canaries ou global ? Quelques études détectent localement un évènement géomagnétique vers 150 ka (Autriche, Russie et Mer de Chine) mais les courbes synthétiques globales et les modèles disponibles vers 155 ka ne semblent pas détecter cet évènement. Cependant, on observe une grande variété dans les enregistrements de l'intensité du champ pendant cette période, que ce soit à partir des données magnétiques de diverses séquences sédimentaires ou à partir des isotopes cosmogéniques mesurés également dans les sédiments. Ces données sont donc trop incohérentes pour fournir un quelconque élément de réponse et il serait intéressant de s'attacher plus précisément à l'étude de cette période pour tenter de réconcilier les données provenant de différentes archives.

A l'issu de ce travail, on constate que la plupart des données éloignées des courbes synthétiques sont issues de laves datées uniquement en K-Ar. Sans doute faudrait-il redater ces laves en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  pour voir si les âges K-Ar ne sont pas sur ou sous-estimés par excès ou perte d'argon. Il en va de même pour 3 des échantillons des îles Canaries qui n'ont pas été datés en  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  faute de temps.

L'utilisation des laves pour caler les courbes sédimentaires fournit des résultats qui ont déjà permis de calibrer ces courbes jusqu'à 70 ka. Ceci encourage donc la poursuite de ce travail du moins jusqu'à 140 ka, période à partir de laquelle les données sédimentaires sont très discordantes entre elles. Dans cette optique, l'utilisation couplée de datations K-Ar et  $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$  semble préférable. Aussi, au lieu de cibler plusieurs coulées dispersées dans le temps, peut-être serait judicieux de cibler un nombre plus restreint de coulées mais qui se seraient mises en place en différents points du globe et dans une même fenêtre temporelle très réduite. Ceci permettrait de coupler ces points pour obtenir des données peu affectées par d'éventuelles composantes non dipolaires ou anomalies magnétiques locales.

## **Références bibliographiques**

- Aldrich, L.T., Nier, A.O., 1948. Argon 40 in potassium minerals. *Physical Review* 74, 876-877.
- Ancochea, E., Fuster, J. M., Ibarrola, E., Cendrero, A., Coello, J., Hernan, F., Cantagrel, J. M., Jamond, C., 1990. Volcanic evolution of the Island of Tenerife (Canary Islands) in the light of new K–Ar data. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 4, 231-49.
- Andersen, K.K., Svensson, A., Johnsen, S., Rasmussen, S.O., Bigler, M., Röthlisberger, R., Ruth, U., Siggaard-Andersen, M-L., Steffensen, J.P., Dahl-Jensen, D., Vinther, B.M., Clausen, H.B., 2006. The Greenland Ice Core Chronology 2005, 15-42 ka. Part 1: constructing the time scale. *Quaternary Science Reviews* 25, 3246-3257.
- Anguita, F. Hernan, F., 2000. The Canary Islands origin: an unifying model. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 103, 1-26.
- Baker, J.A., Thirlwall, M.F., Menzies, M.A., 1996. Sr-Nd-Pb isotopic and trace element evidence for crustal contamination of plume-derived flood basalts: Oligocene flood volcanism in Western Yemen. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 2559-2581.
- Baksi, A.K., 1973. K-Ar dating - loading techniques in argon extraction work and sources of air argon contamination. *Canadian Journal of Earth Sciences* 10, 1678-1684.
- Bard, E., Fairbanks, R.G., Hamelin, B., 1992. How accurate are the U-Th ages obtained by mass spectrometry on coral terraces. Kukla, G.J., Went, E. (Eds.), *Start of a Glacial NATO ASI Series 13*. Springer, Berlin, 15-21.
- Baroni, M., Bard, E., Petit, J-R., Magnan, O., Bourlès, D.L., 2011. Volcanic and solar activity, and atmospheric circulations influences on cosmogenic <sup>10</sup>Be fallout at Vostok and Concordia (Antartica) over the last 60 years. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 75, 7132-7145, doi: 10.1038/347164a0.
- Barrat, J.-A., Nesbitt, R.W., 1996. Geochemistry of the Tertiary volcanism of Northern Ireland. *Chemical Geology* 29, 15-38.
- Bazin, L., Landais, A., Lemieux-Dudon, B., Toyé Mahamadou Kele, H., Veres, D., Parrenin, F., Martinerie, P., Ritz, C., Capron, E., Lipenkov, V., Loutre, M.-F., Raynaud, D., Vinther, B., Svensson, A., Rasmussen, S. O., Severi, M., Blunier, T., Leuenberger, M., Fischer, H., Masson-Delmotte, V., Chappellaz, J., and Wolff, E., 2013. An optimized multi-proxy, multi-site



Antarctic ice and gas orbital chronology (AICC2012): 120-800 ka, *Climate of the Past* 9, 1715–1731, doi: 10.5194/cp-9-1715-2013.

Beckinsale, R.D., Gale, N.H., 1969. A reappraisal of the decay constants and branching ratio of  $^{40}\text{K}$ . *Earth and Planetary Science Letters* 6, 289-294.

Beer, J., Muscheler, R., Wagner, G., Laj, C., Kissel, C., Kubik, P.K., Synal, H.-A., 2002. Cosmogenic nuclides during Isotope Stages 2 and 3. *Quaternary Science Reviews* 21, 1129-1139.

Berger, E., 1973. Le volcanisme récent de l'Ardèche. Thèse, université Paris-11, Orsay, France.

Berger, E., 1981. Enclaves ultramafiques, mégacristaux et leurs basaltes hôtes. Thèse d'Etat, université Paris-11, Orsay, France.

Berger, E.T., 2007. Les jeunes volcans d'Ardèche. Sud-Ouest, 187 pp.

Berger, E., Brousse, R., Maury, R.C., 1975. Age récent ( $11\,770 \pm 270$  ans BP) des dernières éruptions du Vivarais, *Compte Rendu de l'Académie des Sciences de Paris* 280, 419-422.

Berger, E., Forette, M.-C., 1975. Réactions de basaltes alcalins des Causses, du Vivarais et du Velay (France) avec les xénocristaux et les minéraux des enclaves homéogènes. *Bulletin de la Société Française de Minéralogie et Cristallographie* 98, 366-373.

Berger, G.W., York, D., 1981. Geothermometry from  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating experiments. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 45, 795-811.

Biggin, A.J., 2010. Are systematic differences between thermal and microwave Thellier-type paleointensity estimates a consequence of multidomain bias in the thermal results? *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 180, 16-40.

Biggin, A.J., Strik, G.H.M.A., C.G. Langereis, 2009. The intensity of the geomagnetic field in the late-Archaeon: new measurements and an analysis of the updated IAGA palaeointensity database. *Earth Planets Space* 61, 9-22.

Blanco-Montenegro, I., Montesinos, F.G., Garcia, A., Vieira, R., Villalain, J.J., 2005. Paleomagnetic determinations on Lanzarote from magnetic and gravity anomalies: Implications for the early history of the Canary Islands. *Journal of Geophysical Research* 110, B12102, doi: 10.1029/2005JB003668.

Blanco-Montenegro, I., Nicolosi, I., Pignatelli, A., Chiappini, M., 2008. Magnetic imaging of the feeding system of oceanic volcanic islands: El Hierro (Canary Islands). *Geophysical Journal International* 173, 339-350.

Blanco-Montenegro, I., Torta, J.M., Garcia, A., Arana, V., 2003. Analysis and modelling of the aeromagnetic anomalies of Gran Canaria (Canary Islands). *Earth and Planetary Science Letters* 206, 601-616.

Blockley, S.P.E., Bronk Ramsey, C., Higham, T.F.G., 2008. The Middle to Upper Paleolithic transition: dating, stratigraphy, and isochronous markers. *Journal of Human Evolution* 55, 764-771.

Blockley, S.P.E., Lane, C.S., Hardiman, M., Rasmussen, S.O., Seierstad, I.K., Steffensen, J.P., Svensson, A., Lotter, A.F., Turney, C.S.M., Ramsey, C.B., INTIMATE members, 2012. Synchronisation of palaeoenvironmental records over the last 60,000 years, and an extended INTIMATE event stratigraphy to 48,000 b2k. *Quaternary Science Reviews* 36, 2-10.

Blunier, T., Chappellaz, J., Schwander, J., Dallenbach, A., Stauffer, B., Stocker, T. F., Raynaud, D., Jouzel, J., Clausen, H. B., Hammer, C. U., Johnsen, S. J., 1998. Asynchrony of Antarctic and Greenland climate change during the last glacial period. *Nature* 394, 739-743.

Boiron, T., 2011. Étude multi-échelle des variations structurales, géochimiques et des propriétés magnétiques des coulées basaltiques prismées : exemple de la coulée de La Palisse (Ardèche) et de Saint-Arcons-d'Allier (Haute-Loire). Thèse, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, France.

Boiron, T., Bascou, J., Camps, P., Ferré, E.C., Maurice, C., Guy, B., Gerbe, M.-C., Launeau, P., 2013. Internal structure of basaltic flows : insights from magnetic and crystallographic fabrics of the La Palisse volcanics, French Massif central. *Geophysical Journal International* 123, 585-602.

Brassart, J., Tric, E., Valet, J.P., Herrero-Bervera, E., 1997. Absolute paleointensity between 60 and 400 ka from the Kohala Mountain (Hawaii). *Earth and Planetary Science Letters* 148, 141-156.

Buiron, D., Chappellaz, J., Stenni, B., Frezzotti, M., Baumgartner, M., Capron, E., Landais, A., Lemieux-Dudon, B., Masson-Delmotte, V., Montagnat, M., Parrenin, F., Schilt, A., 2011. TALDICE-1 age scale of the Talos Dome deep ice core, East Antarctica, *Climate of the Past* 7, 1-16, doi: 10.5194/cp-7-1-2011.

Butler, R.F., 1992. *Paleomagnetism: magnetic domains to geologic terranes*. Blackwell scientific publications.

Carlut, J, Quidelleur, X., 2000. Absolute paleointensities recorded during the Bruhnes chron at La Guadeloupe Island. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 120, 255-269.

Carracedo, J.C., 1994. The Canary Islands: an example of structural control on the growth of large oceanic-island volcanoes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 60, 225-241.

Carracedo, J.C., 1999. Growth, structure, instability and collapse of Canarian volcanoes and comparisons with Hawaiian volcanoes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 94, 1-19.

Carracedo, J.C., 2006. El volcan Teide. *Volcanogia, Interpretacion de Paisajes e Itinerarios Comentados*. E. CajaCanarias obra social y cultural.

Carracedo, J.C., 2011. *Geologia de Canarias 1. Origen, Evolucion, edad y volcanismo*. Rueda, S.L. (Ed.), I.S.B.N. 978-84-7207-203-9.

Carracedo, J.C., Day, S.J., Guillou, H., Gravestock, P., 1999a. Later stages of volcanic evolution of La Palma, Canary Islands: Rift evolution, giant landslides, and the genesis of the Caldera de Taburiente. *Geological Society of America Bulletin* 111, 755-768.

Carracedo, J.C., Day, S.J., Guillou, H., Pérez-Torrado, F.J., 1999b. Giant Quaternary landslides in the evolution of La Palma and El Hierro, Canary Islands. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 94, 169-190.

Carracedo, J.C., Day, S., Guillou, H., Rodriguez Badiola, E., Canas, J.A., Pérez Torrado, F.J., 1998. Hotspot volcanism close to a passive continental margin: the Canary Islands. *Geological Magazine* 135, 591-604.

Carracedo, J.C., Rodríguez Badiola, E., Guillou, H., Paterne, M., Scaillet, S., Pérez-Torrado F.J., Paris, R., Fra-Paleo, U., Hansen, A., 2007. Eruptive and structural history of Teide Volcano and rift zones of Tenerife, Canary Islands. *Geological Society of America Bulletin* 119, 1027-1051.

Carvallo, C., Camps, P., Ruffet, G., Henry, B., Poidras, T., 2003. Mono Lake or Laschamp geomagnetic event recorded from lava flows in Amsterdam Island (southeastern Indian Ocean). *Geophysical Journal International* 154, 767-782.

Carvallo, C., Roberts, A.P., Leonhardt, R., Laj, C., Kissel, C., Perrin, M., Camps, P., 2006. Increasing the efficiency of paleointensity analyses by selection of samples using first-order reversal curve diagrams. *Journal of Geophysical Research* 111, B12103, doi: 10.1029/2005JB004126.

Cassata, W.S., Singer, B.S., Cassidy, J., 2008. Laschamp and Mono Lake geomagnetic excursions recorded in New Zealand. *Earth and Planetary Science Letters* 268, 76-88.

Cassignol, C., Cornette, Y., David B., Gillot, P.Y., 1978. Technologie potassium-argon. C.E.N., Saclay, Rapport CEA R-4802, 37 pp.

Cassignol, C., Gillot, P.-Y., 1982. Range and effectiveness of unspiked potassium-argon dating: experimental groundwork and examples. Odin, G.S. (Ed.), *Numerical Dating in Stratigraphy*. John Wiley, Chichester, pp. 159-179.

Catalan, M., Davila, J.M., ZEE Working Group, 2003. A magnetic anomaly study offshore the Canary Archipelago. *Marine Geophysical Research* 24, 129-148. doi: 10.1007/s11001-004-5442-y.

Channell, J.E.T., Hodell, D.A., Singer, B.S., Xuan, C., 2010. Reconciling astrochronological and  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ages for the Matuyama-Brunhes boundary and late Matuyama Chron. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 11, Q0AA12, doi: 10.1029/2010GC003203.

Channell, J.E.T., Mazaud, A., Sullivan, P., Turner, S., Raymo, M.E., 2002. Geomagnetic excursions and paleointensities in the Matuyama Chron at Ocean Drilling Program Sites 983 and 984 (Iceland Basin). *Journal of Geophysical Research* 107, doi: 10.1029/2001JB000491.

Channell, J.E.T., Xuan, C., Hodell, D.A., 2009. Stacking paleointensity and oxygen isotope data for the last 1.5 Myr (PISO-1500). *Earth and Planetary Science Letters* 283, 14-23.

Chappellaz, J., Blunier, T., Raynaud, D., Barnola, J.-M., Schwander, J., and Stauffer, B., 1993. Synchronous changes in atmospheric CH<sub>4</sub> and Greenland climate between 40 and 8 kyr BP, *Nature* 366, 443-445.

Charbit, S., Guillou, H., Turpin, L., 1998. Cross calibration of K-Ar standard minerals using an unspiked Ar measurement technique. *Chemical Geology* 150, 147-159.

Chauvel, C., Jahn, B.-M., 1984. Nd-Sr isotope and REE geochemistry of alkali basalts from the Massif Central, France. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 48, 93-110.

Chauvin, A., Duncan, A., Bonhommet, N., Levi, S., 1989. Paleointensity of the earth's magnetic field and K-Ar dating of the Louchadiere volcanic flow (Central France): New evidence for the Laschamp excursion. *Geophysical Research Letters* 16, 1189-1192.

Chauvin, A., Gillot, P.Y., Bonhommet, N., 1991. Paleointensity of the earth's magnetic field recorded by two Late Quaternary volcanic sequences at the Island of La Reunion (Indian Ocean). *Journal of Geophysical Research* 96, 1981-2006.

Christl, M., Strobl, C., Mangini, A., 2003. Beryllium-10 in deep-sea sediments: a tracer for the Earth's magnetic field intensity during the last 200,000 years. *Quaternary Science Review* 22, 725-739.

Coe, R.S., 1967. Paleo-Intensities of the Earth's Magnetic Field determined from tertiary and quaternary rocks. *Journal of Geophysical Research* 72, 3247-3262.

Coe, R.S., Grommé, C.S., 1973. A comparison of 3 methods of determining geomagnetic paleointensities. *Journal of Geomagnetism and Geoelectricity* 25, 425-435.

Coe, R.S., Grommé, S., Mankinen, E.A., 1978. Geomagnetic Paleointensities from radiocarbon-dated lava flows on Hawaii and the question of the Pacific nondipole low. *Journal of Geophysical Research* 83, 1740-1756.

Coello, J., Cantagrel, J.M., Hernan, F., Fuster, J.M., Ibarrola, E., Ancochea, E., Casquet, C., Jamond, C., Diaz de Teran, J.R., Cendrero, A., 1992. Evolution of the eastern volcanic ridge of the Canary Islands based on new K-Ar data. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 53, 251-274.

Constable, C., Tauxe, L., 1996. Towards absolute calibration of sedimentary paleointensity records. *Earth and Planetary Science Letters* 143, 269-274.

Cumbest, R.J., Johnson, E.L., Onstott, T.C., 1994. Argon composition of metamorphic fluids: Implications for  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  geochronology. *Geological Society of America Bulletin* 106, 942-951.

Dalrymple, G.B., and Lanphere, M.A., 1969. Potassium-argon dating. Freeman, San Francisco, California 258 pp.

Dalrymple, G.B., Lanphere, M.A., 1974.  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  age spectra of some undisturbed terrestrial samples. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 38, 715-738.

Davies, S.M., Wastegard, S., Rasmussen, T.L., Svensson, A., Johnsen, S.J., Steffensen, J.P., Andersen, K.K., 2008. Identification of the Fugloyarbanki tephra in the NGRIP ice core: a key tie-point for marine and ice-core sequences during the last glacial period. *Journal of Quaternary Science* 23, 409-414.

Day, R., Fuller, M., Schmidt, V.A., 1977. Hysteresis properties of titanomagnetites: grain-size and compositional dependence. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 13, 260-267.

Debard, E., Pastre, J.-F., 2008. Nouvelles données sur les téphras pléistocènes piégés dans les remplissages karstiques ardéchois (SE France). *Quaternaire* 19, 107-116.

Dekkers, M.J., Böhnel, H.N., 2006. Reliable absolute palaeointensities independent of magnetic domain state. *Earth and Planetary Science Letters* 248, 508-517.

DePaolo, D.J., 1981. Trace element and isotopic effects of combined wallrock assimilation and fractional crystallization. *Earth and Planetary Science Letters* 53, 189-202.

de Vivo, B., Rolandi, G., Gans, P.B., Calvert, A., Bohrsen, W.A., Spera, F.J., Belkin, H.E., 2001. New constraints on the pyroclastic eruptive history of the Campanian volcanic Plain (Italy). *Mineralogy and Petrology* 73, 47-65.

Donadini, F., Korte, M., Constable, C.G., 2009. Geomagnetic field for 0-3 ka: 1. New data sets for global modeling. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 10, doi: 10.1029/2008GC002295.

Downes, H., 1984. Sr and Nd isotope geochemistry of coexisting alkaline magma series, Cantal, Massif Central, France. *Earth and Planetary Science Letters* 69, 321-334.

Downes, H., 1987. Tertiary and Quaternary volcanism in the Massif Central, France. Fitton, J.G., Upton, B.G.J., (Eds.), *Alkaline igneous rocks*. Geological Society of London Special Publication 30, 517-530.

Dunlop, D.J., 2002. Theory and application of the Day plot ( $M_{rs}/M_s$  versus  $H_{cr}/H_c$ ). 1. Theoretical curves and tests using titanomagnetite data. *Journal of Geophysical Research* 107, 10.1029/2001JB000487.

Dunlop, D.J., 2011. Physical basis of the Thellier-Thellier and related paleointensity methods. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 187, 118-138.

Dunlop, D.J., Özdemir, Ö., 1997. *Rock Magnetism: Fundamentals and Frontiers*. Cambridge University Press, New York, London and Cambridge.

El Azzouzi, M., Maury, R. C., Bellon, H., Youbi, N., Cotton, J., Kharbouch, F., 2010. Petrology and K-Ar chronology of the Neogene-Quaternary Middle Atlas basaltic province, Morocco. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 181, 243-257.

Endt, P.M., 1998. Supplement to energy levels of  $A = 21-44$  nuclei (VII). *Nuclear Physic A* 633, 1-122.

Endt P. M, van der Leun, C., 1973. Energy levels of  $A = 21-44$  nuclei (V). *Nuclear Physic A* 214, 1-625.

EPICA Community Members: One-to-one coupling of glacial climate variability in Greenland and Antarctica, *Nature* 444, 195-198, 2006.

Esser, R.P., McIntosh, W.C., Heizler, M.T., Kyle, P.R., 1997. Excess argon in melt inclusions in zero-age anorthoclase feldspar from Mt Erebus, Antarctica, as revealed by the  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  method. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 61, 3789-3801.

Fairbanks, R.G., Mortlock, R.A., Chiu, T.C., Cao, L., Kaplan, A., Guilderson, T.P., Fairbanks, T.W., Bloom, A.L., Grootes, P., Nadeau, M.-J., 2005. Radiocarbon calibration curve spanning 0-50 000 years BP based on paired  $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$  and  $^{14}\text{C}$  dates on pristine corals. *Quaternary Science Reviews* 24, 1781-1796.

Fedele, F.G., Giaccio, B., Hajdas, I., 2008. Timescales and cultural process at 40,000 BP in the light of the Campanian Ignimbrite eruption, Western Eurasia. *Journal of Human Evolution* 55, 834-857.

Flanders, P.J., 1988. An alternating-gradient magnetometer. *Journal of Applied Physics* 63, 3940-3945.

Folgheraiter, G., 1899. Sur les variations séculaires de l'inclinaison magnétique dans l'antiquité. *Journal de Physique Théorique et Appliquée* 8, 660-667.

Frank, M., Schwarz, B., Baumann, S., Kubik, P.W., Suter, M., Mangini, A., 1997. A 200 kyr record of cosmogenic radionuclide production rate and geomagnetic field intensity from Be-10 in globally stacked deep-sea sediments. *Earth and Planetary Science Letters* 149, 121-129.

García, A., Chiappini, M., Blanco-Montenegro, I., Carluccio, R., D'Ajello Caracciolo, F., De Ritis, R., Nicolosi, I., Pignatelli, A., Sánchez, N., Boschi, E., 2007. High resolution aeromagnetic anomaly map of Tenerife, Canary Islands. *Annals of Geophysics* 50, 689-697.

Garner, E.L., Murphy, T.J., Gramlich, J.W., Paulsen, P.J., Barnes, I.L., 1975. Absolute isotopic abundance ratios and the atomic weight of a reference sample of potassium. *Journal of Research of the National Bureau of Standards* 79A, 713-725.

Geldmacher, J., Hoernle, K., Bogaard, P.v.d., Duggen, S., Werner, R., 2005. New  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  and geochemical data from seamounts in the Canary and Madeira volcanic provinces: support for the mantle plume hypothesis. *Earth and Planetary Science Letters* 237, 85-101.

Genty, D., Blamart, D., Ouahdi, R., Gilmour, M., Baker, A., Jouzel, J., Van-Exter, S., 2003. Precise dating of Dansgaard-Oeschger climate oscillations in Western Europe from speleothem data, *Nature* 421, 833-837.

Grau Malonda, A., Grau Carles. A., 2002. Half-life determination of  $^{40}\text{K}$  by LSC. Applied Radiation and Isotopes 56, 153-156.

Grootes, P. M., Stuiver, M. 1997.  $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$  variability in Greenland snow and ice with  $10^{-3}$  to  $10^{-5}$  year time resolution. Journal of Geophysical Research 102, 26455-26470.

Guérin, G., 1983. La thermoluminescence des plagioclases. Méthode de datation du volcanisme, applications au domaine volcanique français : Chaîne des Puys, Mont Dore et Cézallier, Bas Vivarais. Thèse de Doctorat d'Etat. Université Pierre et Marie Curie. 258pp.

Guérin, G., Gillot, P.-Y., 2007. Nouveaux éléments de chronologie du volcanisme Pléistocène du bas Vivarais (Ardèche, France) par thermoluminescence. Comptes Rendus Geoscience 339, 40-49.

Guillou, H., Carracedo, J.C., Day, S.J., 1998. Dating of the Upper Pleistocene-Holocene volcanic activity of La Palma using the unspiked K-Ar technique. Journal of Volcanology and Geothermal Research 86, 137-149.

Guillou, H., Carracedo, J.C., Duncan, R.A., 2001. K-Ar,  $^{40}\text{Ar}$ - $^{39}\text{Ar}$  ages and magnetostratigraphy of Brunhes and Matuyama lava sequences from La Palma Island. Journal of Volcanology and Geothermal Research 106, 175-194.

Guillou, H., Carracedo, J.C., Paris, R., Pérez Torrado F.J., 2004a. Implications for the early shield-stage evolution of Tenerife from K/Ar ages and magnetic stratigraphy. Earth and Planetary Science Letters 222, 599-614.

Guillou, H., Carracedo, J.C., Pérez-Torrado, F., Rodriguez Badiola, E., 1996. K-Ar ages and magnetic stratigraphy of a hotspot-induced, fast grown oceanic island : El Hierro, Canary Islands. Journal of Volcanology and Geothermal Research 73, 141-155.

Guillou, H., Nomade, S., Carracedo, J.C., Kissel, C., Laj, C., Perez Torrado, F.J., Wandres, C., 2011. Effectiveness of combined unspiked K-Ar and  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating methods in the  $^{14}\text{C}$  age range. Quaternary Geochronology 6, 530-538.

Guillou, H., Pérez-Torrado, F.J., Hansen Machin, A.R., Carracedo, J.C., and Gimeno, D., 2004b. The Plio-Quaternary volcanic evolution of Gran Canaria based on new K-Ar ages and magnetostratigraphy: Journal of Volcanology and Geothermal Research 135, 221-2460.

Guillou, H., Singer, B.S., Laj, C., Kissel, C., Scaillet, S., Jicha, B.R., 2004c. On the age of the Laschamp geomagnetic excursion. Earth and Planetary Science Letters 227, 331-343.



Guyodo, Y., Valet, J.-P., 1996. Relative variations in geomagnetic intensity from sedimentary records: the past 200,000 years. *Earth and Planetary Science Letters* 143, 23-36.

Guyodo, Y., Valet, J.-P., 1999. Global changes in intensity of the Earth's magnetic field during the past 800 kyr. *Nature* 339, 249-252.

Harrison, T.M., McDougall, I., 1981. Excess  $^{40}\text{Ar}$  in metamorphic rocks from Broken Hill, New South Wales: Implications for  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  age spectra and the thermal history of the region. *Earth and Planetary Science Letters* 55, 123-149.

Harrison, R.J., Feinberg J.M., 2008. FORCINEL : an improved algorithm for calculating first-order reversal curve distributions using locally weighted regression smoothing. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 9, doi: 10.1029/2008GC001987.

Hays, D., Imbrie, J., Shackleton, N.J., 1976. Variations in the Earth's Orbit: Pacemaker of the Ice Ages. *Science* 194, 1121-1132.

Heikkilä, U., Beer, J., Abreu, J.A., Steinhilber, F., 2011. On the atmospheric transport and deposition of the cosmogenic radionuclides ( $^{10}\text{Be}$ ): a review. *Space Science Reviews* 176, 321-332. doi 10.1007/s11214-011-9838-0.

Hess, J.C., Lippolt, H.J., 1994. Compilation of K–Ar measurements on HD-B1 standard biotite. Odin, G.S. (Ed.), *Phanerozoic Time scale. Bulletin Liaison Informations, I.U.G.S. Subcommission on Geochronology* 12, 19-23.

Hilgen, F.J., Krijgsman, W., Wijbrans, J.R., 1997. Direct comparison of astronomical and  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ages of ash beds: potential implications for the age of mineral dating standards. *Geophysical Research Letters* 24, 2043-2046.

Hodell, D.A., Channell, J.E.T., Curtis, J.H., Romero, O.E., Rohl, U., 2008. Onset of “Hudson Strait” Heinrich Events in the eastern North Atlantic at the end of the Middle Pleistocene Transition (~640 ka)? *Paleoceanography* 23, PA4218. doi: 10.1029/2008PA001591.

Hofmann, A.W., 1988. Chemical differentiation of the Earth: the relationship between the mantle, continental crust, and oceanic crust. – *Earth and Planetary Science Letters* 90, 297-314.

Hoffman, K.A., Biggin, A.J., 2005. A rapid multi-sample approach to the determination of absolute paleointensity. *Journal of Geophysical Research* 110, B12108, doi: 10.1029/2005JB003646.

Hoffman, K.A., Constantine, V.L., Morse, D.L., 1989. Determination of absolute palaeointensity using a multi-specimen procedure. *Nature* 339, 295-297.

Jourdan, F., Renne, P.R., 2007. Age calibration of the Fish Canyon sanidine  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating standard using primary K-Ar standards. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 71, 387-402.

Jourdan, F., Renne, P.R., Reimold, W.U., 2009. An appraisal of the ages of terrestrial impact structures. *Earth and Planetary Science Letters* 286, 1-13.

Kelley, S., 2002. Excess argon in K-Ar and Ar-Ar geochronology. *Chemical Geology* 188, 1-22.

Kirschvink, J., 1980. The least-squares line and plane and the analysis of paleomagnetic data. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society* 62, 699-718.

Kissel, C., Laj, C., 2004. Improvements in procedure and paleointensity selection criteria (PICRIT-03) for Thellier and Thellier determinations : application to Hawaiian basaltic long cores. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 147, 155-169.

Kissel, C., Laj, C., Labeyrie, L., Dokken, T., Voelker, A., Blamart, D., 1999. Rapid climatic variations during marine isotopic stage 3: magnetic analysis of sediments from Nordic Seas and North Atlantic. *Earth and Planetary Science Letters* 171, 489-502.

Kissel, C., Laj, C., Piotrowski, A.M., Goldstein, S.L., Hemming, S.H., 2008. Millennial-scale propagation of Atlantic deep waters to the glacial Southern Ocean. *Paleoceanography* 23, PA 2102, doi: 10.1029/2008PA001624.

Kissel, C., Guillou, H., Laj, C., Carracedo, J.C., Nomade, S., Pérez-Torrado, F., Wandres, C., 2011. The Mono Lake excursion recorded in phonolitic lavas from Tenerife (Canary Islands): Paleomagnetic analyses and coupled K/Ar and Ar/Ar dating. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 187, 232-244.

Koenigsberger, J.G., 1938. Natural residual magnetism of eruptive rocks. *Terrestrial Magnetism and Atmospheric Electricity* 43, 119-130, 299-320.

Koppers, A.A.P., 2002. ArAr CALC-software for  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  age calculations. *Computer and Geosciences* 28, 605-619.

Korte, M., Constable, C., 2011. Improving geomagnetic field reconstructions for 0-3 ka. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 188, 247-259.

Korte, M., Constable, C., Donadini, F., 2009. Geomagnetic field for 0–3 ka: 2. Revised global time-varying models. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 10, Q06008. doi: 10.1029/2008GC002297.

Korte, M., Constable, C., Donadini, F., Holme, R., 2011. Reconstructing the Holocene geomagnetic field. *Earth and Planetary Science Letters* 312, 497-505.

Kossert, K., Günther, E., 2004. LSC measurements of the half-life of  $^{40}\text{K}$ . *Applied Radiation and Isotopes* 60, 459-464.

Kravchinsky, V.A., Evans, M.E., Peck, J.A., Sakai, H., Krainov, M.A., King, J.W., Kuzmin, M.I., 2007. A 640 kyr geomagnetic and palaeoclimatic record from Lake Baikal Sediments. *Geophysical Journal International* 101, 101-116.

Kuiper, K.F., Deino, A., Hilgen, F.J., Krijgsman, W., Renne, P.R., Wijbrans, J.R., 2008. Synchronizing rock clocks of Earth history. *Science* 320, 500-504.

Kuiper, K.F., Hilgen, F.J., Steenbrink, J., Wijbrans, J.R., 2004.  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ages of tephras intercalated in astronomically tuned Neogene sedimentary sequences in the eastern Mediterranean. *Earth and Planetary Science Letters* 222, 583-597.

Kwon, J., Min, K., Bickel, P.J., Renne, P.R., 2002. Statistical methods for jointly estimating the decay constant of  $^{40}\text{K}$  and the age of a dating standard. *Mathematical Geology* 34, 457-474.

Laj, C., Channell, J.E.T., 2007. Geomagnetic Excursions. Kono, M. (Eds.), *Treatise on Geophysics* 5, Geomagnetism. Elsevier, Amsterdam, 373-416.

Laj, C., Guillou, H., Kissel, C., 2014. Dynamics of the earth magnetic field in the 10-75 kyr period comprising the Laschamp and Mono Lake excursions: New results from the French Chaîne des Puys in a global perspective. *Earth and Planetary Science Letters* 387, 184-197.

Laj, C., Kissel, C., 1999. Geomagnetic field intensity at Hawaii for the last 400 kyr from the Hawaii Scientific Drilling Project core, Big Island, Hawaii. *Journal of Geophysical Research* 104, 15317-15338.

Laj, C., Kissel, C., Beer, J., 2004. High-resolution global paleointensity stack since 75 kyr (GLOPIS-75) calibrated to absolute values. *Timescales of the Paleomagnetic Field*, Geophysical Monograph Series 145, edited by J. E. T. Channell et al., AGU, Washington, D. C., 255-265.

Laj, C., Kissel, C., Mazaud, A., Channell, J. E. T., Beer, J., 2000. North Atlantic palaeointensity stack since 75 ka (NAPIS-75) and the duration of the Laschamp event. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Serie A*, 358, 1009-1025.

Laj, C., Rais, A., Surmont, J., Gillot, P.Y., Guillou, H., Kissel, C., Zanella, E., 1997. Changes of the geomagnetic field vector obtained from lava sequences on the island of Vulcano (Aeolian Islands, Sicily). *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 99, 161-177.

Lal, D., 1988. Theoretically expected variations in the terrestrial cosmic-ray production rates of isotopes. Castagnoli, G.C. (Ed.), *Theoretically Expected Variations in the Terrestrial Cosmic-Ray Production Rates of Isotopes*, v.XCV. North-Holland, Amsterdam, 215-233.

Lal, D., Peters, B., 1967. Cosmic ray produced radioactivity on the Earth, in *Handbuch der Physik* XLVI/2, Springer Verlag, New York, 551-612.

Lanphere, A., Dalrymple, G.B., 2000. First-Principles Calibration of  $^{38}\text{Ar}$  Tracers Implications for the Ages of  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  Fluence Monitors. U.S. Geological Survey, Professional Paper 1621.

Laughlin, A.W., Poths, J., Healy, H., Reneau, S., WoldeGabriel, G., 1994. Dating of quaternary basalts using the  $^3\text{He}$  and  $^{14}\text{C}$  methods with implications for excess  $^{40}\text{Ar}$ . *Geology* 22, 135-138.

Lawrence, K P., Tauxe, L., Staudigel, H., Constable, C G., Koppers, A., McIntosh, W., Johnson, C L., 2009. Paleomagnetic field properties at high southern latitude. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 10, 1-27.

Le Bas, M.J., Le Maitre, R.W., Streckeisen, A., Zanettin, B., 1986. A chemical classification of volcanic rocks based on the total alkali-silica diagram. *Journal of Petrology* 27, 745-750.

Lee, T.-Q., 1999. Last 160 ka paleomagnetic directional secular variation record from core MD972151, Southwestern South China Sea. *TAO* 10, 255-264.

Lee, J.-Y., Marti, K., Severinghaus, J.P., Kawamura, K., Yoo, H.-S., Lee, J.B., Kim, J.S., 2006. A redetermination of the isotopic abundances of atmospheric Ar. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 70, 4507-4512.

Lemieux-Dudon, B., Blayo, E., Petit, J. R., Waelbroeck, C., Svensson, A., Ritz, C., Barnola, J. M., Narcisi, B. M., and Parrenin, F., 2010. Consistent dating for Antarctic and Greenland ice cores, *Quaternary Science Reviews* 29, 8-20.

Levi, S., 1977. The effect of magnetite particle size in paleointensity determinations of the geomagnetic field. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 13, 245-259.

Lisiecki, L.E., Lisiecki, P.A., 2002. Application of dynamic programming to the correlation of paleoclimate records. *Paleoceanography* 17, 1049. doi: 10.1029/2001PA000733.

Lisiecki, L.E., Raymo, M.E., 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic  $\delta^{18}\text{O}$  records. *Paleoceanography*, v.20, PA1003, doi: 10.1029/2004pa001071.

Lo Bello, P., Féraud, G., Hall, C.M., York, D., Lavina, P., Bernat, M., 1987.  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  step-heating and laser fusion dating of a quaternary pumice from Neschers, Massif Central, France: the defeat of xenocrystic contamination. *Chemical Geology* 66, 61-71.

Mankinen, E.A., 1994. Preliminary geomagnetic paleointensities from Long Valley Caldera, California. U.S. Geological Survey Open-File Report 633, 1-17.

Mark, D.F., Stuart, F.M., de Podesta, M., 2011. New high-precision measurements of the isotopic composition of atmospheric argon. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 75, 7494-7501.

Masarik, J., Beer, J., 1999. Simulation of particle fluxes and cosmogenic nucleide production in the Earth's atmosphere. *Journal of Geophysical Research* 104, 12099-13012.

Maury, R.C., 1976. Contamination (par l'encaissant et les enclaves) et cristallisation fractionnée de séries volcaniques alcalines, continentales (Massif Central français) et océaniques (Pacifique Central) : l'origine des laves acides. Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Paris-Sud, Orsay, 455 pp.

Maury, R.C., 1978. La contamination magmatique. Girod, M., Bailey, D.K., Baker, P.E., Fischer, R.V., Maury, R.C., Rocci, M., Schmincke, C.H., Upton, B.G.J. (Eds.), *Les roches volcaniques. Pétrologie et cadre structural*, Doin, Paris, 239 pp.

Maury, R.C., Bizouard, H., 1974a. Clinopyroxènes des contacts acides-basiques. *Bulletin de la Société Française de Minéralogie et Cristallographie* 97, 465-469.

Maury, R.C., Bizouard, H., 1974b. Melting of acid xenoliths into a basanite: an approach to the possible mechanisms of crustal contamination. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 48, 275-286.

Maury, R.C., Didier, J., Lameyre, J., 1978. Comparative magma-xenolith relationships in some volcanic and plutonic rocks from the French Massif Central. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 66, 401-408.

McDougall, I., Harrison, T.M., 1988. *Geochronology and thermochronology by the  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  method*. Oxford University Press, New York, 212pp.

McDougall, I., Polach, H.A., Stipp, J.J., 1969. Excess radiogenic argon in young subaerial basalts from the Auckland volcanic field, New Zealand. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 33, 1485-1520.

McDougall, I., Roksandic, Z., 1974. Total fusion  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ages using HIFAR reactor. *Journal of the Geological Society of Australia* 21, 81-89.

McDougall, I., Wellman, P., 2011. Calibration of GA1550 biotite standard for K/Ar and  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating. *Chemical Geology* 280, 19-25.

Meese, D.A., Gow, A.J., Alley, R.B., Zielinski, Grootes, P.M., Ram, M., Taylor, K.C., Mayewski, P.A., Bolzan, J.F., 1997. The Greenland Ice Sheet Project 2 depth-age scale: Methods and results. *Journal of Geophysical Research* 102, 26411-26423.

Ménabréaz, L., Bourlès, D.L., Thouveny, N., 2012. Amplitude and timing of the Laschamp geomagnetic dipole low from the global atmospheric  $^{10}\text{Be}$  overproduction: Contribution of authigenic  $^{10}\text{Be}/^9\text{Be}$  ratios in west equatorial Pacific sediments. *Journal of Geophysical Research* 117, B11101, doi: 10.1029/2012JB009256.

Mergoïl, J., Boivin, P., 1993. Notice de la carte géologique au 100 000ème. Le Velay - Son Volcanisme Et Les Formations Associées. *Géologie de la France n°3*. BRGM (Ed.), Orléans France.

Min, K., Mundil, R., Renne, P.R., Ludwig, K.R., 2000. A test for systematic errors in  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  geochronology through comparison with U/Pb analysis of a 1.1 Ga rhyolite. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 64, 73-98.

Mitchell, J.G., 1968. The argon-40/argon-39 dating in coesite-bearing and associated units of the Dora Maira massif, western Alps. *European Journal of Mineral* 3, 239-262.

Mitchell, L.E., Brook, E. J., Sowers, T., McConnell, J.R., and Taylor, K., 2011. Multidecadal variability of atmospheric methane, 1000-1800 C.E., *Journal of Geophysical Research* 116, G02007, doi: 10.1029/2010jg001441.

Mochizuki, N., Tsunakawa, H., Shibuya, H., Cassidy, J., Smith, I.E.M, 2006. Palaeointensities of the Auckland geomagnetic excursions by the LTD-DHT Shaw method. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 154, 168-179.

Muscheler R., Beer, J., Kubik, P.W., Synal, H.-A., 2005. Geomagnetic field intensity during the last 60,000 years based on  $^{10}\text{Be}$  and  $^{36}\text{Cl}$  from the Summit ice cores and  $^{14}\text{C}$ . *Quaternary Science Reviews* 24, 1849-1860.

Muscheler, R., Beer, J., Wagner, G., Laj, C., Kissel, C., Raisbeck, G.M., Yiou, F., Kubik, P.W., 2004. Changes in the carbon cycle during the last deglaciation as indicated by the comparison of  $^{10}\text{Be}$  and  $^{14}\text{C}$  records. *Earth and Planetary Science Letters* 219, 325-340.

Muxworthy, A.R., Roberts, A.P., 2007. First-order reversal curve (FORC) diagrams. Gubbins, D., Herrero-Bervera, E. (Eds.), *Encyclopedia of Geomagnetism and Paleomagnetism*. Springer, 266-272.

Nagata, T., 1943. The natural remanent magnetism of volcanic rocks and its relation to geomagnetic phenomena. *Bulletin of the Earthquake Research Institute* 21, 1-196.

Nagata, T., Arai, Y., Momose, K., 1963. Secular variation of the geomagnetic total force during the last 5000 years. *Journal of Geophysical Research* 68, 5277-5281.

Naumenko, M.O., Mezger, K., Nagler, T.F., Villa, I.M., 2013. High precision determination of the terrestrial  $^{40}\text{K}$  abundance. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 122, 353-362.

Nier, A.O., 1950. A redetermination of the relative abundances of the isotopes of carbon, nitrogen, oxygen, argon and potassium. *Physical Reviews* 77, 789-793.

Nomade, S., Renne, P.R., Vogel, N., Deino, A.L., Sharp, W.D., Becker, T.A., Jaouni, A.R., Mundil, R., 2005. Alder creek sanidine (ACs-2): a quaternary  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating standard tied to the Cobb mountain geomagnetic event. *Chemical Geology* 218, 315-338.

O'Reilly, W., 1984. *Rock and mineral magnetism*. Blackie & Son, 220 pp.

Parrenin, F., Barnola, J-M. , Beer, J., Blunier, T. , Castellano, E. , Chappellaz, J., Dreyfus, G., Fischer, H., Fujita, S., Jouzel, J., Kawamura, K., Lemieux-Dudon, B., Loulergue, L., Masson-Delmotte, V., Narcisi, B., Petit, J-R. , Raisbeck, G., Raynaud, D., Ruth, U., Schwander, J., Severi, M., Spahni, R., Steffensen, J. P., Svensson, A., Udisti, R., Waelbroeck, C., Wolff, E., 2007. The EDC3 chronology for the EPICA Dome C ice core. *Climate of the Past* 3, 485-497.

Pastre, J.-F., Debard, E., Chennaoui, K., 1994. Un tephra-repere du volcanisme phreatomagmatique du Vivarais dans la sequence Pleistocene superieur de l'abri Moula (Soyons, Ardeche, France). *Comptes Rendus de l'Academie des Sciences, Paris*, 319, 937-943.

Pavon Carrasco, F.J., Villasante Marcos, V., 2010. Geomagnetic Secular Variation in the Canary Islands: paleomagnetic data, models and application to paleomagnetic dating. *Fısica de la Tierra* 22, 59-80.

Peate, D.W., Chen, J.H., Wasserburg, G.J., Papanastassiou, D.A., 1996.  $^{238}\text{U}$ - $^{230}\text{Th}$  dating of a geomagnetic excursion in Quaternary basalts of the Albuquerque Volcanoes Field, New Mexico (USA). *Geophysical Research Letters* 23, 2271-2274.

Pérez-Torrado, F.J., Carracedo, J.C., Mangas, J., 1995. Geochronology and stratigraphy of the Roque Nublo cycle, Gran Canaria, Canary Islands. *Journal of the Geological Society* 152, 807-818.

Petit, J. R., Jouzel, J., Raynaud, D., Barkov, N. I., Barnola, J. M., Basile, I., Bender, M., Chappellaz, J., Davis, M., Delaygue, G., Delmotte, M., Kotlyakov, V. M., Legrand, M., Lipenkov, V. Y., Lorius, C., P'epin, L., Ritz, C., Saltzman, E., and Stievenard, M., 1999. Climate and atmospheric history of the past 420 000 years from the Vostok ice core, Antarctica, *Nature* 399, 429-436.

Phillips, D., Matchan, E.L., 2013. Ultra-high precision  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ages for Fish Canyon Tuff and Alder Creek Rhyolite sanidine: New dating standards required? *Geochimica et Cosmochimica Acta* 121, 229-239.

Pike, C.R., Roberts. A.P., Verosub, K.L., 1999. Characterizing interactions in fine magnetic particle system using first order reversal curves. *Journal of Applied Physics* 85, 6660-6667.

Prévot, M., Mankinen, E.A., Coe R.S., Grommé C.S., 1985. The steens mountains (Oregon) geomagnetic polarity transition. 2. Field intensity variations and discussion of reversal models. *Journal of Geophysical Research* 90, 10417-10448.

Quidelleur, Y., Gillot, P.-Y., Soler, V., Lefèvre, J.-C., 2001. K/Ar dating extended into the last millennium: application to the youngest effusive episode of the Teide volcano (Spain). *Geophysical Research Letters* 28, 3067-3070.

Rais, A., Laj, C., Surmont, J., Gillot, P.-J., Guillou, H., 1996. Geomagnetic field intensity between 70 000 and 130 000 years B.P. from a volcanic sequence on La Reunion, Indian Ocean. *Earth and Planetary Science Letters* 140, 173-189.

Raisbeck, G.M., Yiou, F., Fruneau, M., Loiseaux, J.M., Lieuvin, M., Ravel, J.C., 1981. Cosmogenic  $^{10}\text{Be}/^7\text{Be}$  as a probe of atmospheric transport processes. *Geophysical Research Letters* 8, 1015-1018, doi: 10.1029/GL008i009p01015.

Rasmussen, T.L., Thomsen, E., van Weering, T.C.E., Labeyrie, L., 1996. Rapid changes in surface and deep water conditions at the Faeroe Margin during the last 58,000 years. *Palaeoceanography* 11, 757-771.



Reimer, P.J., Baillie, M.G.L., Bard, E., Bayliss, A., Beck, J.W., Bertrand, C.J.H., Blackwell, P.G., Buck, C.E., Burr, G.S., Cutler, K.B., Damon, P.E., Edwards, R.L., Fairbanks, R.G., Friedrich, M., Guilderson, T.P., Hogg, A.G., Hughen, K.A., Kromer, B., McCormac, G., Manning, S., Ramsey, C.B., Reimer, R.W., Remmele, S., Southon, J.R., Stuiver, M., Talamo, S., Taylor, F.W., van der Plicht, J., Weyhenmeyer, C.E., 2004. IntCal04 terrestrial radiocarbon age calibration, 0-26 cal ka BP. *Radiocarbon* 46, 1029-1058.

Reimer, P.J., Bard, E., Bayliss, A., Beck, J.W., Blackwell, P.G., Ramsey, C.B., Buck, C.E., Cheng, H., Edwards, R.L., Friedrich, M., Grootes, P.M., Guilderson, T.P., Haflidason, H., Hajdas, I., Hatté, C., Timothy, J.H., Hoffmann, D.L., Hogg, A.G., Hughen, K.A., Kaiser, K.F., Kromer, B., Manning, S.W., Niu, M., Reimer, R.W., Richards, D.A., Scott, E.M., Southon, J.R., Staff, R.A., Turney, C.S.M., van der Plicht, J., 2013. IntCal13 et Marine13 radiocarbon age calibration curves 0-50,000 years cal BP. *Radiocarbon* 55, 1869-1887.

Renne, P.R., Cassata, W.S., Morgan, L.E., 2009. The isotopic composition of atmospheric argon and  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  geochronology: Time for a change? *Quaternary Geochronology* 4, 288-298.

Renne, P.R., Deino, A.L., Walter, R.C., Turrin, B.D., Swisher, C.C., Becker, T.A., Curtis, G.H., Sharp, W.D., Jaouni, A.-R., 1994. Intercalibration of astronomical and radioisotopic time. *Geology* 22, 783-786.

Renne, P.R., Mundil, R., Balco, G., Min, K., Ludwig, K.R., 2010. Joint determination of  $^{40}\text{K}$  decay constants and  $^{40}\text{Ar}^*/^{40}\text{K}$  for the Fish Canyon sanidine standard, and improved accuracy for  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  geochronology. *Chemical Geology* 280, 19-25.

Renne, P.R., Norman, E.B., 2001. Determination of the half-life of  $^{37}\text{Ar}$  by mass spectrometry. *Physical Review C* 63, doi: 10.1103/PhysRevC.63.047302.

Renne, P.R., Sharp, W.D., Deino, A.L., Orsi, G., Civetta, L., 1997.  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  Dating into the Historical Realm: Calibration Against Pliny the Younger. *Science* 277, 1279-1280.

Renne, P.R., Swisher, C.C., Deino, A.L., Karner, D.B., Owens, T.L., DePaolo, D.J., 1998. Intercalibration of standards, absolute ages and uncertainties in  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating. *Chemical Geology* 145, 117-152.

Rivera, T.R., Storey, M., Zeeden, C., Hilgen, F.J., Kuiper, K., 2011. A refined astronomically calibrated  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  age for Fish Canyon sanidine. *Earth and Planetary Science Letters* 311, 420-426.

Roberts, A.P., Pike, C.R., Verosub, K.L., 2000. First-order reversal curves diagrams : a new tool for characterizing the magnetic properties of natural samples. *Journal of Geophysical Research* 105, 28461-28475.

Roberts, A.P., Winklhofer, M., 2004. Why are geomagnetic excursions not always recorded in sediments? Constraints from post-depositional remanent magnetization lock-in modelling. *Earth and Planetary Science Letters* 227, 345-359.

Rochette, P., Bertrand, H., Braun, C., Berger, E., 1993. La province volcanique Pléistocène Supérieur du Bas-Vivarais (Ardèche, France) : propagation de fentes crustales en échelons? *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, 316, 913-920.

Roperch, P., Bonhommet, N., Levi, S., 1988. Paleointensity of the earth's magnetic field during the Laschamp excursion and its geomagnetic implications. *Earth and Planetary Science Letters* 88, 209-219.

Ruth, U., Barnola, J.-M., Beer, J., Bigler, M., Blunier, T., Castellano, E., Fischer, H., Fundel, F., Huybrechts, P., Kaufmann, P., Kipfstuhl, S., Lambrecht, A., Morganti, A., Oerter, H., Parrenin, F., Rybak, O., Severi, M., Udisti, R., Wilhelms, F., and Wolff, E., 2007. "EDML1": a chronology for the EPICA deep ice core from Dronning Maud Land, Antarctica, over the last 150 000 years, *Clim. Past* 3, 475-484, doi: 10.5194/cp-3-475-2007.

Sanzelle, S., Pilleyre, T., Montret, M., Faïn, J., Miallier, D., Camus, G., de Goër de Hervé, A., Defleur, A., 2000. Datation par thermoluminescence : étude d'une corrélation possible entre le maar de La Vestide-du-Pal et un niveau de téphra de la Baume-Moula-Guercy (Ardèche, France). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, 330, 541-546.

Schnepp, E., 1996. Geomagnetic paleointensities derived from volcanic rocks of the Quaternary East Eifel volcanic field, Germany. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 94, 23-41.

Schoene, B., Crowley, J.L., Condon, D.J., Schmitz, M.D., Bowring, S.A., 2006. Reassessing the uranium decay constants for geochronology using ID-TIMS U-Pb data. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 70, 426-445.

Scholger, R., Terhorst, B., 2013. Magnetic excursions recorded in the Middle to Upper Pleistocene loess/palaeosol sequence Wels-Aschet (Austria). *Quaternary Science Journal* 62, 14-21. doi: 10.3285/eg.62.1.02.

Scholz, D., Hoffmann, D., 2008. <sup>230</sup>Th/U-dating of fossil corals and spéléothèmes. *Quaternary Science Journal* 57, 52-76.

Scholz, D., Mangini, A., Felis, T., 2004. U-series dating of diagenetically altered fossil reef corals. *Earth and Planetary Science Letters* 218, 163-178.

Selkin, P.A., Tauxe, L., 2000. Long-term variations in palaeointensity. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 358, 1065-1088.

Shackleton, N.J., Hall, M.A., Vincent, E., 2000. Phase relationships between millennial-scale events 64,000-24,000 years ago. *Paleoceanography* 15, 565-569.

Sharp, W.D., Renne, P.R., 2005. The  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating of core recovered by the Hawaii scientific drilling project (phase 2), Hilo, Hawaii. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 6, Q04G17, doi: 10.1029/2004GC000846.

Shaw, J., 1974. A new method of determining the magnitude of the palaeomagnetic field : Application to five historic lavas and five archeological samples. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society* 39, 133-141.

Shcherbakov, V.P., Shcherbakova, V.V., 2001. On the suitability of the Thellier method of palaeointensity determinations on pseudo-single-domain and multidomain grains. *Geophysical Journal International* 146, 20-30.

Singer, B.S., 2014. A Quaternary geomagnetic instability time scale. *Quaternary Geochronology* 21, 29-52.

Singer, B.S., Guillou, H., Jicha, B.R., Laj, C., Kissel, C., Beard, B.L., Johnson, C.M., 2009.  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , K-Ar and  $^{230}\text{Th}$ – $^{238}\text{U}$  dating of the Laschamp excursion: A radioisotopic tie-point for ice core and climate chronologies. *Earth and Planetary Science Letters* 286, 80-88.

Singer, B.S., Guillou, S., Jicha, B.R., Zanella, E., Camps, P., 2014. Refining the Quaternary Geomagnetic Instability Time Scale (GITS): Lava flow recordings of the Blake and Post-Blake excursions. *Quaternary Geochronology* 21, 16-28.

Singer, B.S., Jicha, B.R., Kirby, B.T., Geissman, J.W., Herrero-Bervera, E., 2008.  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating links Albuquerque Volcanoes to the Pringle Falls excursion and the Geomagnetic Instability Time Scale. *Earth and Planetary Science Letters* 267, 584-595.

Soler, V., Carracedo, J.C., Heller, F., 1984. Geomagnetic secular variation in historical lavas from the Canary Islands. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society* 78, 313-318.

Spell, T.L., McDougall, I., 2003. Characterization and calibration of  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating standards. *Chemical Geology* 198, 189-211.

Steiger, R.H., Jäger E., 1977. Subcommission on geochronology: convention on the use of

decay constants in geo- and cosmochemistry, *Earth and Planetary Science Letters* 5, 320-324.

Stirling, C.H., Esat, T.M., McCulloch, M.T., Lambeck, K., 1995. High-precision U-series dating of corals from Western Australia and implications for the timing and duration of the last interglacial. *Earth and Planetary Science Letters* 135, 115-130.

Stoener, R.W., Schaeffer, O.A., Katcoff, S., 1965. Half-lives of argon-37, argon-39, and argon-42, *Science* 148, 1325-1328.

Stoner, J.S., Laj, C., Channell, J.E.T., Kissel, C., 2002. South Atlantic (SAPIS) and North Atlantic (NAPIS) geomagnetic Paleointensity Stacks (0-80ka): implications for inter-hemisphere correlation. *Quaternary Science Reviews* 21, 1141-1151.

Stuiver M., Reimer, P.J., Bard, E., Beck, J.W., Burr, G.S., Hughen, K.A., Kromer, B., McCormac, G., van der Plicht, J., Spurk, M., 1998. INTCAL98 Radiocarbon Age Calibration, 24000-0 cal BP *Radiocarbon* 40, 1041-1083.

Sun, S.S., McDonough, W.F., 1989. Chemical and isotopic systematics of oceanic basalts: Implications for mantle composition and processes. Saunders, A.D., Norry, M.J., (Eds.), *Magmatism in the ocean basins*. Geological Society of London Special Publication 42, 313-345.

Suttie, N., Shaw, J., Hill, M., 2010. Direct demonstrating of microwave demagnetization of a whole rock sample with minimal heating. *Earth and Planetary Science Letters* 292, 357-362.

Svensson, A., Andersen, K.K., Bigler, M., Clausen, H.B., Dahl-Jensen, D., Davies, S.M., Johnsen, S.J., Muscheler, R., Rasmussen, S.O., Rasmussen, S.O., Steffensen, J.P., Vinther, B.M., 2006. The Greenland Ice Core Chronology 2005, 15-42 ka. Part 2: comparison to other records. *Quaternary Science Reviews* 25, 3258-3267.

Székely, N., Laj, C., Guillo, H., Kissel, C., Mazaud, A., Carracedo, J.C., 1999. Geomagnetic paleosecular variation in the Brunhes period, from the island of El Hierro (Canary Islands). *Earth and Planetary Science Letters* 165, 241-253.

Takai, A., Shibuya, H., Yoshihara, A., Hamano, Y., 2002. Paleointensity measurements of pyroclastic flow deposits co-born with widespread tephras in Kyushu Island, Japan. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 133, 159-179.

Tanaka, H., Kobayashi, K., 2003. Paleomagnetism of the late Quaternary Ontake Volcano, Japan: directions, intensities, and excursions. *Earth Planets and Space* 55, 189-202.

Tauxe, L., 1993. Sedimentary Records of Relative Paleointensity of the Geomagnetic-Field - Theory and Practice. *Reviews of Geophysics* 31, 319-354, 10.1029/93rg01771.

Tauxe, L., Gans, P., Mankinen, E.A., 2004. Paleomagnetic results from the Snake River Plain: Contribution to the time-averaged field global database. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 5, doi: 10.1029/2003GC000661.

Thellier, E., 1937a. Aimantation des terres cuites : application à la recherche de l'intensité du champ magnétique dans le passé. *Compte Rendu de l'Académie des Sciences de Paris* 204, 184-186.

Thellier, E., 1937b. Recherche de l'intensité du champ magnétique terrestre dans le passé : premiers résultats. *Annales de l'Institut de Physique du Globe de l'Université Paris* 15, 179-184.

Thellier, E., 1938. Sur l'aimantation des terres cuites et ses applications géophysiques. *Annales de l'Institut de Physique du Globe de l'Université Paris* 16, 157-302.

Thellier, E., Thellier, O., 1959. Sur l'intensité du champ magnétique terrestre dans le passé historique et géologique. *Annales de Géophysiques* 15, 285-376.

Thompson, R.N., Dickin, A.P., Gibson, I.L., Harmon, R.S., 1980. Elemental fingerprints of isotopic contamination of Hebridean Paleocene mantle-derived magmas by Archean sial. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 79, 159-168.

Thompson, W.G., Spiegelman, M.W., Goldstein, S.L., Speed, R.C., 2003. An open-system model for U-series age determinations of fossil corals. *Earth and Planetary Science Letters* 210, 365-381.

Thouveny, N., Creer, K.M., Blunk, I., 1990. Extension of the Lac du Bouchet palaeomagnetic record over the last 120,000 years. *Earth and Planetary Science Letters* 97, 140-161.

Tric, E., Valet, J.P., Gillot, P.Y., Lemeur, I., 1994. Absolute paleointensities between 60 and 160 kyear BP from Mount Etna (Sicily). *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 85, 113-129.

Turner, G., Miller, J.A., Grasty, R.L., 1966. The thermal history of the Bruderheim meteorite. *Earth and Planetary Science Letters* 1, 155-157.

Valet, J.P., Meynadier, L., 1993. Geomagnetic field intensity and reversals during the past four million years. *Nature* 366, 234-238.

Valet, J.P., Meynadier, L., Guyodo, Y., 2005. Geomagnetic dipole strength and reversal rate over the past two million years. *Nature* 435, 802-805.

Valet, J.P., Soler, V., 1999. Magnetic anomalies of lava fields in the Canary islands. Possible consequences for paleomagnetic records. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 115, 109-118.

Valkiers, S., Vendelbo, D., Berglund, M., de Podesta, M., 2010. Preparation of argon Primary Measurement Standards for the calibration of ion current ratios measured in argon. *International Journal of Mass Spectrometry* 291, 41-47.

van den Bogaard, P., Schmincke, H.U., 1998. Chronostratigraphy of Gran Canaria. Weaver, P.P.E., Schmincke, H.U., Fifth, J.V., Duffield, W. (Eds.), *Proceedings of the O.D.P. Scientific Results* 157, 127-140.

van Zijl, J.S.V., Graham, K.W.T., Hales, A.L., 1962. The paleomagnetism of the Stormberg lavas, II, The behavior of the magnetic field during a reversal. *Geophysical Journal of the Royal Astronomical Society* 7, 169-182.

Veres, D., Bazin, L., Landais., A., Toyé Mahamadou Kele, H., Lemieux-Duron, B., Perrenin, F., Martinerie, P., Blayo, E., Blunier, T., Capron, E., Chappellaz, J., Rasmussen, S.O., Severi, M., Svensson, A., Vinther, B., Wolff, E.W., 2013. The Antarctic ice core chronology (AICC2012) : an optimized multi-parameter and multi-site dating approach for the last 120 thousand years. *Climate of the Past* 9, 1733-1748.

Verosub, K.L., 1977. Depositional and post-depositional processes in the magnetization of sediments, *Reviews of Geophysics and Space Physics* 15, 129-143.

Villemant, B., Feuillet, N., 2003. Dating open systems by the  $^{238}\text{U}$ – $^{234}\text{U}$ – $^{230}\text{Th}$  method: application to Quaternary reef terraces. *Earth and Planetary Science Letter* 210, 105-118.

Waelbroeck, C., Frank, N., Jouzel, J., Parrenin, F., Masson-Delmotte, V., Genty, D., 2008. Transferring radiometric dating of the last interglacial sea level high stand to marine and ice core records. *Earth and Planetary Science Letters* 265, 183-194.

Wagner, G., Beer, J., Laj, C., Kissel, C., Masarik, J., Muscheler, R., Synal H.-A., 2000. Chlorine-36 evidence for the Mono Lake event in the Summit GRIP ice core. *Earth and Planetary Science Letters* 181, 1-6.

Walton, D., 1991. A new technique for determining palaeomagnetic intensities. *Journal of Geomagnetism and Geoelectricity* 43, 333-339.

Walton, D., 2004. Avoiding mineral alteration during microwave magnetization. *Geophysical Research Letters* 31, L03606. doi: 10.1029/2003GL019011.

Walton, D., Share, J., Rolph, T.C., Shaw, J., 1993. Microwave magnetization. *Geophysical Research Letters* 20, 109-111.

Wang, Y.J., Cheng, H., Edwards, R. L., An, Z. S., Wu, J. Y., Shen, C.-C., Dorale, J. A., 2001. A High-Resolution Absolute-Dated Late Pleistocene Monsoon Record from Hulu Cave, China. *Science* 294, 2345-2348.

Wartho, J.-A., Rex, D.D., Guise, P.G., 1996. Excess argon in amphiboles linked to greenschist facies alteration in Kamila amphibolite belt, Kohistan island arc system, northern Pakistan: Insights from  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  step-heating and acid leaching experiments. *Geological Magazine* 133, 595-609.

Wastegard, S., Rasmussen, T.L., Kuijpers, A., Nielsen, T., van Weering, T.C.E., 2006. Composition and origin of ash zones from Marine Isotope Stages 3 and 2 in the North Atlantic. *Quaternary Science Reviews* 25, 2409-2419.

Westaway, R., Guillou, H., Yurtmen, S., Beck, A., Bridgland, D., Demir, T., Scaillet, S., Rowbotham, G., 2006. Late Cenozoic uplift of western Turkey: Improved dating of the Kula Quaternary volcanic field and numerical modelling of the Gediz River terrace staircase. *Global and Planetary Change* 51, 131-171.

Williams, I.S., Tetley, N.W., Compston, W., McDougall, I., 1982. A comparison of K-Ar and Rb-Sr ages of rapidly cooled igneous rocks: two points in the Palaeozoic timescale re-evaluated. *Journal of the Geological Society, London*, 139, 557-568.

Ziegler, L.B., Constable, G.C., Johnson, C.L., Tauxe, L., 2011. PADM2M: a penalized maximum likelihood model of the 0-2 Ma palaeomagnetic axial dipole moment. *Geophysical Journal International* 184, 1069-1089.

Zijderveld, J.D.A., 1967. A.C. demagnetization of rocks: Analysis of results. Collinson, D.W., Creer, K.M., Runcorn, S.K. (Eds.), *Methods in Palaeomagnetism*. Elsevier, Amsterdam, 254-286.

## Liste des figures

Figure I.1 : Evolution de l'erreur en fonction de l'âge pour l'échelle de temps GICC05. ....	6
Figure I.2 : a) Le dipôle géomagnétique (d'après Butler, 1992). b) Allure de la composante non dipolaire en 1945 (d'après Butler, 1992). ....	12
Figure I.3 : Comparaison des 3 courbes synthétiques sédimentaires GLOPIS-75, PISO-1500, et SINT-2000 sur les 200 derniers ka (sans leurs barres d'erreurs respectives pour plus de lisibilité). .	16
Figure II.1 : Localisation des îles Canaries. En gris foncé, les îles dans lesquelles nos sites d'étude sont localisés (modifié d'après Guillou et al., 2004b). ....	20
Figure II.2 : Phases de mise en place des îles canariennes (modifié d'après Carracedo, 2011). ....	21
Figure II.3 : Activité volcanique de Tenerife lors des derniers 200 ka (d'après Carracedo et al., 2007).	24
Figure II.4 : Localisation des sites échantillonnés sur Tenerife (carte modifiée d'après Carracedo et al., 2007). ....	25
Figure II.5 : Volcanisme du Cumbre Vieja lors des dernier 125 ka (d'après Carracedo et al., 1999a). ..	26
Figure II.6 : Localisation des échantillons et principales unités de la Palma (modifié d'après Carracedo et al., 1999a). ....	27
Figure II.7 : Localisation des sites échantillonnés sur Grande Canarie (modifié d'après Guillou et al., 2004b). ....	29
Figure II.8 : A gauche, le site RGC02, un effleurement de montagne. A droite, la coulée RGC04 située sur la côte et formant une plateforme. ....	30
Figure II.9 : Ardèche, localisation et géologie (d'après Mergoïl et Boivin, 1993). ....	31
Figure II.10 : Localisation des sites ardéchois échantillonnés (modifié d'après Guérin et Gillot, 2007).	33
Figure II.11 : A gauche le site ALZ12-09, long de plusieurs dizaines de mètres, dont les colonnades et pseudo-colonnades s'élèvent à une trentaine de mètres. A droite, le site SOU12-11 fait d'une coulée plus petite, non prismée, affleurant sur quelques mètres et haut d'à peine un mètre. ....	34
Figure III.1 : Schéma de désintégration radioactive naturelle du $^{40}\text{K}$ . ....	38
Figure III.2 : Schéma de décroissance de $^{40}\text{K}$ et accumulation d' $^{40}\text{Ar}^*$ dans les laves froides. ....	38
Figure III.3 : Résultat des tris minéralogiques. Cas du site ardéchois PAL12-17 : a) Fraction non magnétique obtenue à l'issue du tri magnétique. b) Fraction finale obtenue après les tris magnétique et densitométrique. ....	42
Figure III.4 : Préparation d'un échantillon K-Ar. 1) Prédégazage. ....	43
Figure III.5 : Préparation d'un échantillon K-Ar. 2) Fusion. ....	44
Figure III.6 : Préparation d'un échantillon K-Ar. 3) Purification. ....	44
Figure III.7 : Préparation d'un échantillon K-Ar. 4) Récupération de l'échantillon. ....	44
Figure III.8 : Schéma de la ligne à ultraviolette connectée au spectromètre de masse K-Ar. ....	45
Figure III.9 : Etapes de mesure de la méthode K-Ar sans traceur. ....	47



Figure III.10 : Positionnement des échantillons et standards pour l'irradiation. ....	49
Figure III.11 : Spectre de masse d'un échantillon irradié avec présentation des différentes origines pour chaque isotope (en indice). ....	51
Figure III.12 : Schéma de la ligne $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ du LSCE.....	53
Figure III.13 : Illustration du spectre d'âge obtenu par chauffes successives pour le site RGC04. Les 2 couleurs illustrent 2 analyses différentes. Les étapes grisées sont celles non prises en compte dans le calcul de l'âge plateau. ....	55
Figure III.14 : Isochrone inverse obtenue pour le site RGC04. Les ellipses à contour noirs représentent les étapes non retenues. ....	56
Figure III.15 : Décroissance de l'aimantation rémanente (d'après Butler, 1992).....	59
Figure III.16 : Diagramme $\text{TiO}_2\text{--FeO--Fe}_2\text{O}_3$ (d'après Butler, 1992).....	60
Figure III.17 : Evolution de l'aimantation de saturation ( $J_s$ ) et de la Température de Curie selon la composition des titanomagnétites (d'après Butler, 1992).....	60
Figure III.18 : Balance de Curie utilisée pour les courbes thermomagnétiques. ....	61
Figure III.19 : Graphiques représentatif de ceux obtenus lors d'analyses thermomagnétiques. A gauche, L'échantillon LPR 06-04 contient vraisemblablement de la titanomagnétite pauvre en titane. A droite, l'échantillon LPR09-08 contient vraisemblablement de la titanomagnétite riche en titane. L'échantillon LPR 06-04 subit moins de changements minéralogiques que l'échantillon LPR09-08 (les courbes de chauffes et refroidissement sont plus proches). ....	63
Figure III.20 : Illustrations d'un grain monodomaine à gauche, et d'un grain multidomaine à droite (d'après Butler, 1992).....	64
Figure III.21 : Mesure d'un échantillon au Micromag 2900. ....	65
Figure III.22 : a) Cycle d'hystérésis et détermination des paramètres $M_s$ , $M_s$ et $H_c$ . b) Détermination de $H_{cr}$ . ....	66
Figure III.23 : Illustration d'une analyse de FORCs (modifié d'après Pike et al., 1999). ....	67
Figure III.24 : Allure des diagrammes de Zijderveld. a) Cas d'un échantillon à direction stable et monocomposante : ChRM obtenue ( $D$ et $I'$ sur le schéma). b) Cas d'un échantillon multicomposante : impossible d'obtenir les paramètres directionnels de la ChRM initiale. ....	70
Figure III.25 : Stéréogrammes des échantillons RGC 04-11I pour lequel la ChRM est obtenue par analyse en composante principale (a), et LPR 08-06G pour lequel il est impossible d'obtenir la ChRM et dont la direction de NRM suit un grand cercle (b).....	71
Figure III.26 : Projection sur stéréogramme des directions des ChRMs des carottes d'un même site. a) Site RGC03 : les directions des ChRMs sont proches et permettent de calculer la direction moyenne du paléovecteur de ce site. b) Site RGC02 : les directions des ChRMs ont des valeurs trop différentes (illustrées par le contour rouge très développé du $\alpha 95$ ) pour donner une direction moyenne au paléovecteur du site. ....	71
Figure III.27 : Dispositif de chauffe utilisé pour l'expérience de Thellier et Thellier et illustration d'un cycle chauffe-refroidissement (d'après Kissel et Laj, 2004). ....	75
Figure III.28 : Suivi de la NRM et TRM pendant l'expérience de Thellier et Thellier (pour l'échantillon LPR05-01E). ....	77

Figure III.29 : Diagrammes d'Arai. a) Cas d'un échantillon fiable (carotte LPR05-01). b) Cas d'un échantillon inexploitable (carotte RGC01-08). .....	78
Figure III.30 : a-c) Diagramme de désaimantation et stéréogramme pour un échantillon stable (LPR05-01E). b-d) Diagramme de désaimantation et stéréogramme pour un échantillon (RGC01-08I) subissant des transformations minéralogiques. ....	79
Figure IV.1 : Spectre d'âge et analyse isochrone du site TT56 à Tenerife. ....	88
Figure IV.2 : Spectres d'âges et analyses isochrones de 2 sites de Grande Canarie. ....	89
Figure IV.3 : Spectres d'âges et analyses isochrones de 2 sites de la Palma. ....	91
Figure IV.4 : Différences d'âge calculées en fonctions de différents jeux de constantes de décroissances du $^{40}\text{K}$ (d'après Min et al., 2000). ....	98
Figure IV.5 : Corrélation entre $^{40}\text{Ar}^*$ et l'erreur à $2\sigma$ pour les analyses K-Ar de l'Ardèche. ....	104
Figure IV.6 : Spectres d'âges et analyses isochrones de 2 sites ardéchois. ....	106
Figure IV.7 : Evolution de la différence d'âge (%) des analyses $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par utilisation de 2 jeux de constantes différents en fonction de la quantité moyen d' $^{40}\text{Ar}^*$ contenue dans les étapes de chauffes retenues pour le calcul de ces mêmes âges. ....	109
Figure IV.8 : Illustration des différents types de profils thermomagnétiques. a) Profil HT. b) Profil HT-BT. c) Profil BT. ....	112
Figure IV.9 : Répartition des 3 types d'analyses thermomagnétiques obtenues pour les îles Canaries. ....	112
Figure IV.10 : Chauffe partielle de l'échantillon RGC07-10. La non-réversibilité des courbes commence à être importante au-delà de 300°C. En deçà de cette température, les porteurs d'aimantation sont donc peu affectés par la chauffe. ....	113
Figure IV.11 : a) Diagramme Mr/Ms en fonction de Hcr/Hc pour les échantillons des îles Canaries selon les critères de Dunlop (2002). b) Analyse de type FORC pour la carotte LPR04-07. c) Analyse de type FORC pour la carotte LPR03-03. ....	114
Figure IV.12 : Comparaison des profils thermiques obtenus par analyse thermomagnétique, désaimantation thermique, et Thellier et Thellier. ....	115
Figure IV.13 : Une différence de profils thermique entre 2 carottes d'un même site, ici LPR04, n'impacte pas l'enregistrement de la direction d'aimantation. ....	115
Figure IV.14 : Les carottes à profil HT-BT, ici TT56-11, n'ont enregistré qu'une seule composante (b) d'aimantation rémanente sur tout leur spectre pourtant de type HTBT (a). ....	116
Figure IV.15 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site TT56. ....	119
Figure IV.16 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site TT57. ....	120
Figure IV.17 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR01. ....	121
Figure IV.18 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR02. ....	122
Figure IV.19 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR03. ....	123
Figure IV.20 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR04. ....	124
Figure IV.21 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR05. ....	125
Figure IV.22 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR06. ....	126
Figure IV.23 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR08. ....	127

Figure IV.24 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site LPR09. ....	128
Figure IV.25 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC01. ....	129
Figure IV.26 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC02. ....	130
Figure IV.27 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC03. ....	131
Figure IV.28 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC04. ....	132
Figure IV.29 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC07. ....	134
Figure IV.30 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC08. ....	135
Figure IV.31 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC09. ....	136
Figure IV.32 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site RGC10. ....	137
Figure IV.33 : Diagramme Mr/Ms en fonction de Hcr/Hc pour les échantillons d'Ardèche selon les critères de Dunlop (2002) pour la magnétite. ....	140
Figure IV.34 : Illustration de 2 résultats de paléointensité pour les échantillons d'Ardèche. ....	142
Figure IV.35 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site BUR12-01. ....	143
Figure IV.36 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site BOR12-04. ....	144
Figure IV.37 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site CHE12-05. ....	144
Figure IV.38 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site PIC12-08. ....	145
Figure IV.39 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site AIZ12-09. ....	146
Figure IV.40 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site SOU12-11. ....	147
Figure IV.41 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site THU12-12. ....	147
Figure IV.42 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site ROC12-14. ....	148
Figure IV.43 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site CHE12-15. ....	149
Figure IV.44 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site PAL12-16. ....	149
Figure IV.45 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site VES12-18. ....	150
Figure IV.46 : Résultats paléomagnétiques représentatifs du site CHAM12-19. ....	151
Figure V.1 : Echantillon brut du site PIC12-08. On constate la présence de nombreuses xénolites de socle et de manteau de taille très variable. ....	157
Figure V.2 : Illustration des différentes contaminations des laves ardéchoises observées au microscope : contamination mantellique (a-b-c-e) et contamination crustale (c-d-f-g). ....	158
Figure V.3 : Diagramme somme des alcalins versus SiO <sub>2</sub> (TAS), d'après Le Bas et al. (1986) pour les laves d'Ardèche. Les croix correspondent aux échantillons datés uniquement en K-Ar, les cercles aux échantillons datés en K-Ar et <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar. En bleu sont reportés les échantillons pas contaminés (voir texte), en orange les échantillons modérément contaminés, en rouge les échantillons les plus contaminés. ....	160
Figure V.4 : a) Diagramme de variations de Cr (ppm) en fonction de SiO <sub>2</sub> (% massiques) pour les laves d'Ardèche. b) Diagramme de variations de Ni (ppm) en fonction de SiO <sub>2</sub> (% massiques) pour les laves d'Ardèche. Symboles identiques à ceux de la Figure V.3. ....	161
Figure V.5 : a) Diagramme de variation du facteur de contamination (i.e. Age K-Ar/Age <sup>40</sup> Ar- <sup>39</sup> Ar) en fonction du rapport Th/Ta. b) Diagramme de variation du facteur de contamination (i.e. Age K-Ar/Age <sup>40</sup> Ar- <sup>39</sup> Ar) en fonction du rapport La/Nb. Symboles identiques à ceux de la Figure V.3. ....	162

Figure V.6 : Diagrammes de terres rares et multi-élémentaires normalisés au manteau primitif, (Sun et McDonough, 1989) de basanites représentatives de l'Ardèche. ....	163
Figure V.7 : Diagrammes de terres rares et multi-élémentaires normalisés au manteau primitif, (Sun et McDonough, 1989) de PIC 12-08, ROC 12-14 et CHE 12-15.....	164
Figure V.8 : a) Directions moyennes des échantillons du Sud de l'Ardèche. b) Groupes directionnels identifiés pour les laves du Sud de l'Ardèche. ....	166
Figure V.9 : Carte simplifiée du département d'Ardèche avec localisation de la zone d'étude et des cavités karstiques. ....	168
Figure V.10 : Estimation de l'évolution en intensité de la composante non dipolaire au niveau des îles Canaries sur les 10 dernier ka par utilisation des modèles CALS10k.1b, CALS3k.4 et ARCH3k.1. a) Déclinaison, b) Inclinaison, c) Intensité. ....	174
Figure V.11 : Processus de sélections des couples âge-paléointensité parmi la base de données PINT (Biggin et al., 2009). Voir texte ci-dessus pour plus d'explications. ....	178
Figure V.12 : Couples âge-paléointensité retenus sur 0-200 ka. La couleur de l'encadré fait référence à la méthode de datation utilisée : rouge pour le K-Ar, bleu pour l' $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , noir pour K-Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ combinés, et vert pour la thermoluminescence. Les couples sont numérotés pour faciliter la suite de la discussion. ....	179
Figure V.13 : Comparaison des valeurs moyennes par rapport aux données individuelles.....	182
Figure V.14 : Comparaison des données volcaniques retenues sur 0-80 ka avec GLOPIS-75 (Laj et al., 2004) et les isotopes cosmogéniques $^{10}\text{Be}$ (Muscheler et al., 2004) et $^{36}\text{Cl}$ (Wagner et al., 2000).L'échelle de temps utilisée est GICC05 de NorthGrip. ....	184
Figure V.15 : Données continues disponibles sur 80-200 ka. a) Telles que fournies dans la littérature. b) En recalant les minima d'intensité du Blake et de l'Iceland Basin sur ceux visibles dans PISO-1500. ....	187
Figure V.16 : Comparaison des données volcaniques retenues sur 80-200 ka avec PISO-1500 et SINT-2000. ....	190
Figure V.17 : Comparaison des données volcaniques retenues sur 80-200 ka avec PISO-1500 et SINT-2000, avec ajout à 123 ka de la donnée issue de la moyenne pondérée des couples (38) et (39). ....	191
Figure V.18 : Comparaison des données volcaniques ponctuelles et des données continues de variation de l'intensité du champ magnétique terrestre entre 130 et 200 ka . ....	193



## Liste des tables

<i>Table III.1 : Constantes de décroissance du <math>^{40}\text{K}</math>, d'après Steiger et Jager (1977).</i>	39
<i>Table III.2 : Abondance des isotopes d'Ar et de K (d'après Nier, 1950 et Garner et al., 1975).</i>	40
<i>Table III.3 : Standards utilisés pour les mesures K-Ar sans traceur.</i>	47
<i>Table III.4 : Avantages et inconvénients des méthodes K-Ar sans traceur et Ar/Ar.</i>	57
<i>Table III.5 : Critères de PICRIT-03 (d'après Kissel et Laj, 2004) utilisés pour le traitement des données de paléointensité.</i>	80
<i>Table IV.1 : Ages K-Ar publiés pour les coulées échantillonnées aux îles Canaries.</i>	87
<i>Table IV.2 : Résultat de la datation K-Ar de l'échantillon RGC 10. Les constantes utilisées sont celles de Steiger et Jäger (1977). Les standards de calibration sont HD-B1 : <math>24,21 \pm 0,32</math> Ma (Hess et Lippolt, 1994) et LP-6 : <math>127,8 \pm 0,7</math> Ma (McDougall et Roksandic, 1974 ; Baksi, 1973).</i>	87
<i>Table IV.3 : Calculs des âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> des coulées échantillonnées à Tenerife.</i>	88
<i>Table IV.4 : Calculs des âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> des coulées échantillonnées à Grande Canarie.</i>	89
<i>Table IV.5 : Calculs des âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> des coulées échantillonnées à la Palma.</i>	90
<i>Table IV.6 : Illustration des valeurs d'âge disponibles pour un standard : cas du standard primaire GA-1550.</i>	95
<i>Table IV.7 : Standards utilisés pour les analyses K-Ar et <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math>. Les âges sont donnés à <math>1\sigma</math> pour HD-B1 et, LP-6, et à <math>2\sigma</math> pour ACs-2.</i>	95
<i>Table IV.8 : Impact de la valeur prise par FCs sur les âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> obtenus pour les sites des îles Canaries.</i>	96
<i>Table IV.9 : Jeux de constantes utilisées : N°1 : Pour les calculs d'âge de la thèse ; N°2 : Pour le recalcul de ces âges.</i>	99
<i>Table IV.10 : Impact de la valeur prise par les différentes constantes sur les âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> obtenus pour les sites des îles Canaries.</i>	99
<i>Table IV.11 : Ages radiométriques des échantillons canariens.</i>	100
<i>Table IV.12 : Calculs des âges K-Ar des coulées échantillonnées en Ardèche. Les constantes utilisées sont celles de Steiger et Jäger (1977). Les standards de calibration sont HD-B1 : <math>24,21 \pm 0,32</math> Ma (Hess et Lippolt, 1994) et LP-6 : <math>127,8 \pm 0,7</math> Ma (McDougall et Roksandic, 1974 ; Baksi, 1973).</i>	102
<i>Table IV.13 : Calculs des âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> des coulées échantillonnées en Ardèche.</i>	105
<i>Table IV.14 : Impact de la valeur prise par FCs sur les âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> obtenus pour les sites d'Ardèche.</i>	108
<i>Table IV.15 : Impact de la valeur prise par les différentes constantes sur les âges <math>^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}</math> obtenus pour les sites d'Ardèche.</i>	108
<i>Table IV.16 : Ages radiométriques des sites ardéchois.</i>	110
<i>Table IV.17 : Correspondances critères-valeurs permettant de calculer <math>Q_{ech}</math>.</i>	117

<i>Table IV.18 : Paramètres physiques de la magnétite utiles au calcul du temps de relaxation. ....</i>	<i>138</i>
<i>Table IV.19 : Synthèse des âges, directions et paléointensités des sites canariens. ....</i>	<i>139</i>
<i>Table IV.20 : Directions magnétiques et âges retenus pour les sites ardéchois. ....</i>	<i>152</i>
<i>Table V.1 : Comparaison des âges disponibles pour les coulées ardéchoises. Les âges K-Ar, <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar et <sup>14</sup>C sont donnés à 2σ. Les âges de thermoluminescence (TL) sont donnés à 1σ. ....</i>	<i>154</i>
<i>Table V.2 : Groupements directionnels identifiés pour les laves du Sud de l'Ardèche. ....</i>	<i>166</i>
<i>Table V.3 : Différences angulaires entre les 2 groupements directionnels identifiés pour les laves du Sud de l'Ardèche, et entre ces groupements et ceux mis en avant par Rochette et al. (1993). ....</i>	<i>166</i>
<i>Table V.4 : Composition du verre des retombées volcaniques contenues dans l'aven du Devès de Reynaud (d'après Debard et Pastre (2008)). ....</i>	<i>170</i>
<i>Table V.5 : Composition de la mésostase des sites échantillonnés dans le Sud de l'Ardèche. ....</i>	<i>170</i>
<i>Table V.6 : Données âge-paléointensité retenues sur 0-200 ka. ....</i>	<i>180</i>

# **ANNEXES**





## **Annexe 1 : Coordonnées GPS des sites échantillonnés**

### **Iles Canaries**

#### *Grande Canaries*

Site	Coordonnée GPS	
	Nord	Ouest
RGC 01	27° 59' 18,48"	15° 30' 1,68"
RGC 02	28° 00' 50,8"	15° 31' 22,9"
RGC 03	27° 57' 12,7"	15° 32' 17,5"
RGC 04	28° 09' 10,3"	15° 31' 27,2"
RGC 07	28° 10' 9,7"	15° 25' 15,9"
RGC 08	28° 10' 29,9"	15° 24' 48,1"
RGC 09	28° 9' 51,6"	15° 24' 51,8"
RGC 10	28°10'03,6"	15°24'23,4"

#### *La Palma*

Site	Coordonnée GPS	
	Nord	Ouest
LPR01	28° 31' 41,5"	17° 47' 37,4"
LPR02	28°28'49,9"	17° 51' 23,4"
LPR03	28° 33' 34,8"	17° 51' 31,1"
LPR04	28° 34' 27,5"	17° 52' 23,8"
LPR05	28° 34' 8,82"	17° 53' 32,4"
LPR06	28° 35' 17,4"	17° 54' 22,2"
LPR08	28° 36' 37,0"	17° 57' 27,2"
LPR09	28° 36' 03,8"	17° 54' 33,1"

Site	Coordonnée GPS	
	Nord	Ouest
TT 56	28° 20' 43,32"	16° 55' 18,3"
TT 57	28° 22' 44,4"	16° 48' 56,2"

### **Ardèche**

Site	Coordonnée GPS	
	Nord	Ouest
BUR12-01	44° 44' 44,2"	4° 14' 55,5"
BUR12-02	44° 47' 31,3"	4° 16' 6,8"
BOR12-03	44° 53' 27"	4° 15' 0,3"
BOR12-04	44° 53' 22,4"	4° 15' 4,8"
CHA12-05	44° 55' 47,3"	4° 18' 49,7"
MAR12-06	44° 51' 49,7"	4° 17' 4,2"
PIC12-07	44° 45' 7,4"	4° 18' 36,6"
PIC12-08	44° 44' 32,1"	4° 17' 56,2"
AIZ12-09	44° 43' 3,7"	4° 21' 9,4"
JAU 12-10	44° 38' 23,1"	4° 15' 16,9"

Site	Coordonnée GPS	
	Nord	Ouest
SOU12-11	44° 40' 16,1"	4° 15' 26,1"
THU12-12	44° 40' 15,9"	4° 13' 13,2"
THU12-13	44° 40' 51,4"	4° 13' 37,7"
ROC12-14	44° 55' 12,1"	4° 14' 32,9"
CHE12-15A-B	44° 49' 24,9"	4° 6' 45,9"
PAL12-16	44° 46' 52,7"	4° 6' 19,3"
PAL12-17	44° 45' 5,4"	4° 8' 10,9"
VES12-18	44° 44' 18,9"	4° 9' 55,6"
CHAM12-19	44° 43' 10,5"	4° 11' 52,9"



## **Annexe 2 : Sigles utilisés en paléomagnétisme**

NRM (Aimantation Rémanente Naturelle) : aimantation rémanente acquise par une roche en conditions naturelles. Cette aimantation est une TRM dans le cas des laves non ré-aimantée par la suite.

TRM (Aimantation thermorémanente) : aimantation obtenue par refroidissement sous un champ entre  $T_C$  et la température ambiante. C'est le principal mode d'aimantation des roches ignées.

pTRM (Aimantation thermorémanente partielle) : aimantation rémanente acquise par refroidissement sous un champ dans un intervalle de température précis.

$T_C$  - Température de Curie : température au-delà de laquelle un matériau ferromagnétique perd son aimantation.

$T_B$  (Température de blocage) : Température comprise entre  $T_C$  et la température ambiante et sous laquelle un grain magnétique acquiert une aimantation rémanente stable.

$T_{UB}$  (Température de déblocage) : Température au-delà de laquelle un grain perd son aimantation rémanente. Pour des grains SD,  $T_{UB} = T_B$ .

Domaine de Weiss : domaines microscopiques d'un matériau ferromagnétique contenant une aimantation homogène, i.e. pour laquelle tous les spins magnétiques sont orientés dans une direction donnée.

Paroi de Bloch : paroi séparant deux domaines de Weiss.

MD (multidomaine) : grain magnétique contenant plusieurs domaines de Weiss. Ses changements d'aimantation se font par croissance d'un des domaines de Weiss.

PSD (Pseudo Mono Domaine) : taille de grain intermédiaire entre le SD et le MD, et continuant d'avoir quelques aspects de comportement d'un SD.

SD (monodomaine) : grain magnétique ne contenant qu'un seul domaine de Weiss.

$M_s$  (Aimantation à saturation) : aimantation maximale atteinte par l'alignement des spins d'un échantillon soumis à un fort champ (appelé champ à saturation).

$M_r$  (Aimantation rémanente à saturation) : aimantation d'un échantillon restante après la suppression d'un champ capable de saturer cette aimantation.

$H_C$  (Champ coercitif) : intensité du champ magnétique qu'il faut appliquer afin d'annuler l'aimantation d'un matériau ayant au préalable atteint son aimantation à saturation.

$H_{Cr}$  (Champ coercitif rémanent) : intensité du champ qu'il faut appliquer pour annuler  $M_r$ .



# Annexe 3 : Analyses en éléments majeurs et éléments traces des laves ardéchoises échantillonnées.

Ref	Echantillon	BUR 12-01	BUR 12-02	BOR 12-03	BOR 12-04	PIC 12-07	PIC 12-08	THU 12-12	THU 12-13	PAL 12-16	PAL 12-17	CHA 12-05	MAR 12-06	AIZ 12-09	JAU 12-10	SOU 12-11	ROC 12-14	CHE 12-15A	VES 12-18	CHAM 12-19
	%	45.53	45.34	58.42	43.31	44.23	69.39	45.29	44.46	46.43	46.21	43.74	56.24	44.33	44.43	46.83	44.24	46.39	45.93	44.34
	SiO2																			
	%	14.855	14.44	9.673	13.522	14.32	8.139	15.79	14.395	15.635	16.03	14.383	11.533	13.652	15.285	13.048	14.685	15.933	14.39	15.31
	Al2O3																			
	%	10.303	10.243	9.088	12.523	11.797	6.038	10.653	10.657	10.657	10.92	11.427	9.653	12	10.953	10.717	11.25	10.19	12.123	12.123
	Fe2O3																			
	%	0.1724	0.1736	0.1529	0.2129	0.1853	0.0959	0.1492	0.171	0.1652	0.1706	0.1766	0.136	0.2058	0.1744	0.1827	0.1583	0.1567	0.2067	0.2003
	MnO																			
	%	7.463	7.787	5.995	8.837	8.877	4.161	6.155	7.716	4.828	5.125	7.858	5.802	9.791	7.164	7.996	7.295	6.422	6.539	6.065
	MgO																			
	%	9.917	10.19	7.641	10.56	9.829	5.25	11.875	11.328	9.742	9.073	10.738	7.669	10.773	11.085	10.748	10.95	8.797	8.93	9.479
	CaO																			
	%	4.91	5.024	3.367	4.677	4.329	2.492	4.452	4.347	5.055	5.187	4.522	2.747	4.248	4.794	4.099	4.816	4.802	5.247	4.802
	Na2O																			
	%	2.62	2.147	1.388	1.855	1.82	1.051	1.92	1.79	2.372	2.304	1.373	0.783	1.496	1.818	1.561	1.977	2.25	1.936	2.258
	K2O																			
	%	2.486	2.45	2.122	2.824	2.728	1.473	2.634	2.693	2.605	2.665	2.854	2.502	2.46	2.867	2.578	3.299	2.522	2.788	2.918
	TiO2																			
	%	0.79	0.76	1	0.83	0.46	0.8	0.85	0.93	0.93	0.55	0.86	0.82	0.77	0.81	0.75	0.81	0.92	0.91	0.91
	P2O5																			
	%	0.45	0.25	0.5	0.05	0.65	0.64	0.54	0.15	0.25	0.2	1.25	1.43	-0.25	0.15	-0.1	0.2	0.3	0.05	-0.2
	PF																			
	%	99.14	98.8	99.1	99.37	99.6	99.19	99.03	98.56	98.68	98.81	99.25	99.04	99.57	99.54	98.61	98.89	98.59	98.9	98.66
	Total																			
	ppm																			
	As																			
	ppm																			
	Ba																			
	ppm																			
	Be																			
	ppm																			
	Bi																			
	ppm																			
	Cd																			
	ppm																			
	Ce																			
	ppm																			
	Co																			
	ppm																			
	Cr																			
	ppm																			
	Cr																			
	ppm																			
	Cs																			
	ppm																			
	Cu																			
	ppm																			
	Dy																			
	ppm																			
	Er																			
	ppm																			
	Eu																			
	ppm																			
	Ga																			
	ppm																			
	Gd																			
	ppm																			
	Ge																			
	ppm																			
	Hf																			
	ppm																			
	Ho																			
	ppm																			
	In																			
	ppm																			
	La																			
	ppm																			
	Lu																			
	ppm																			
	Mo																			
	ppm																			
	Nb																			
	ppm																			
	Nd																			
	ppm																			
	Ni																			
	ppm																			
	Pr																			
	ppm																			
	Pb																			
	ppm																			
	Pr																			
	ppm																			
	Rb																			
	ppm																			
	Sc																			
	ppm																			
	Sb																			
	ppm																			
	Sm																			
	ppm																			
	Sr																			
	ppm																			
	Ta																			
	ppm																			
	Tb																			
	ppm																			
	Th																			
	ppm																			
	Tm																			
	ppm																			
	U																			
	ppm																			
	V																			
	ppm																			
	W																			
	ppm																			
	Y																			
	ppm																			
	Zn																			
	ppm																			
	Yb																			
	ppm																			
	Zr																			
	ppm																			



## Annexe 4 : Tables datations <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar

Dans les tables ci-dessous, les étapes possédant des valeurs en rouges représentent des valeurs négatives et ne sont pas prises en compte dans le calcul de l'âge final. Il en est de même pour les valeurs grisées. Les valeurs présentées sont corrigées des blancs, de la décroissance radioactive et de la discrimination de masse.

### Iles Canaries

Sample: TT56-A		Lab #: FG-858-866		J = 0.00048320 ± 0.00000077		D(1) Irradiation # 72		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-858	594 °C	4.721E-15	0.0000111	0.733	0.0004757	0.420	0.0000188	0.421	0.0009677	0.171	0.0034462	0.189	1.011648	0.07
FG-859	652 °C	4.232E-15	0.0000098	0.797	0.0006675	0.384	0.0000267	0.646	0.0014457	0.183	0.0030890	0.192	1.01155	0.07
FG-860	705 °C	5.016E-15	0.0000111	0.588	0.0012006	0.371	0.0000466	0.405	0.0026833	0.143	0.0036615	0.173	1.011718	0.07
FG-861	764 °C	4.694E-15	0.0000097	0.693	0.0012967	0.358	0.0000550	0.337	0.0033883	0.150	0.0034260	0.182	1.011651	0.07
FG-862	831 °C	4.794E-15	0.0000101	0.687	0.0012545	0.371	0.0000525	0.431	0.0033254	0.128	0.0034995	0.172	1.011674	0.07
FG-863	899 °C	4.578E-15	0.0000103	0.694	0.0010561	0.350	0.0000322	0.496	0.0019608	0.129	0.0033414	0.177	1.01163	0.07
FG-864	961 °C	4.675E-15	0.0000111	0.633	0.0010088	0.360	0.0000230	0.628	0.0012943	0.207	0.0034125	0.160	1.011653	0.07
FG-865	1025 °C	5.329E-15	0.0000130	0.836	0.0008996	0.382	0.0000187	0.422	0.0009674	0.224	0.0038899	0.159	1.011791	0.07
FG-866	1105 °C	7.742E-15	0.0000194	0.503	0.0008960	0.353	0.0000162	0.520	0.0007243	0.176	0.0056510	0.155	1.01231	0.07

Atmospheric argon ratios				% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s	
<sup>(40)Ar/<sup>(36)Ar</sup><sub>A</sub></sup>				295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)		(ka)				
<sup>(38)Ar/<sup>(36)Ar</sup><sub>A</sub></sup>				0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)		6.70	0.23866 ± 0.05135	5.77	208.0 ± 44.8	0.87 ± 0.01
							8.75	0.18693 ± 0.03296	8.63	162.9 ± 28.7	0.93 ± 0.01
							13.70	0.18699 ± 0.01521	16.01	163.0 ± 13.3	0.96 ± 0.01
Interfering isotope production ratios							20.72	0.20954 ± 0.01230	20.22	182.7 ± 10.7	1.12 ± 0.01
<sup>(40)Ar/<sup>(39)Ar</sup><sub>K</sub></sup>				(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data		18.65	0.19633 ± 0.01288	19.85	171.1 ± 11.2	1.14 ± 0.01
<sup>(38)Ar/<sup>(39)Ar</sup><sub>K</sub></sup>				(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data		12.04	0.20528 ± 0.02249	11.70	178.9 ± 19.6	0.80 ± 0.01
<sup>(39)Ar/<sup>(37)Ar</sup><sub>Ca</sub></sup>				(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data		6.94	0.18306 ± 0.03330	7.72	159.6 ± 29.0	0.55 ± 0.00
<sup>(36)Ar/<sup>(37)Ar</sup><sub>Ca</sub></sup>				(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data		3.80	0.15273 ± 0.06773	5.77	133.1 ± 59.0	0.46 ± 0.00
							0.19	0.01482 ± 0.08341	4.32	12.9 ± 72.7	0.35 ± 0.00
							weighted mean (8 of 9)				173.2 ± 7.7

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>g</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

Sample: TT56-B		Lab #: FG-884-894			J = 0.00046570 ± 0.00000787			D(1) Irradiation # 72		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS				
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-884	591 °C	4.226E-15	0.0000104	0.685	0.0003190	0.549	0.0000118	0.469	0.0005670	0.222	0.0030844	0.262	1.01155	0.07
FG-885	654 °C	4.281E-15	0.0000099	0.519	0.0005714	0.448	0.0000227	0.658	0.0011935	0.201	0.0031249	0.283	1.011553	0.07
FG-886	703 °C	4.567E-15	0.0000099	0.560	0.0010011	0.429	0.0000405	0.424	0.0022527	0.163	0.0033332	0.259	1.011606	0.07
FG-887	752 °C	4.308E-15	0.0000089	0.537	0.0011811	0.389	0.0000487	0.285	0.0028954	0.122	0.0031442	0.261	1.011559	0.07
FG-888	804 °C	4.228E-15	0.0000085	0.676	0.0011423	0.428	0.0000507	0.328	0.0031293	0.119	0.0030860	0.286	1.011546	0.07
FG-889	857 °C	3.780E-15	0.0000081	0.702	0.0009357	0.394	0.0000361	0.341	0.0022287	0.143	0.0027592	0.291	1.011457	0.07
FG-890	893 °C	3.412E-15	0.0000077	0.690	0.0007916	0.442	0.0000235	0.453	0.0013978	0.192	0.0024903	0.314	1.011383	0.07
FG-891	955 °C	3.158E-15	0.0000074	0.540	0.0006892	0.414	0.0000166	0.389	0.0009268	0.157	0.0023049	0.331	1.011332	0.07
FG-892	1020 °C	4.346E-15	0.0000105	0.582	0.0007939	0.423	0.0000166	0.399	0.0008747	0.162	0.0031721	0.257	1.011579	0.07
FG-894	1100 °C	6.769E-15	0.0000163	0.543	0.0008073	0.398	0.0000155	0.732	0.0007194	0.208	0.0049406	0.215	1.012082	0.07

Atmospheric argon ratios				% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s	
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>				295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)		(ka)				
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>				0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)		1.73	0.09391 ± 0.07947	3.50	79.1 ± 66.9	0.76 ± 0.01
					8.21	0.21518 ± 0.02949	7.37	181.2 ± 24.8	0.90 ± 0.01		
					15.62	0.23121 ± 0.01648	13.92	194.7 ± 13.9	0.97 ± 0.01		
Interfering isotope production ratios					20.02	0.21749 ± 0.01137	17.89	183.1 ± 9.6	1.05 ± 0.01		
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>				(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	22.62	0.22312 ± 0.01227	19.34	187.9 ± 10.3	1.18 ± 0.01	
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>				(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	17.22	0.21324 ± 0.01672	13.77	179.6 ± 14.1	1.02 ± 0.01	
<sup>(39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>				(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	11.97	0.21338 ± 0.02519	8.64	179.7 ± 21.2	0.76 ± 0.01	
<sup>(36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>				(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	8.00	0.19903 ± 0.03048	5.73	167.6 ± 25.7	0.58 ± 0.01	
					4.71	0.17112 ± 0.04550	5.40	144.1 ± 38.3	0.47 ± 0.00		
Decay constants					4.06	0.27926 ± 0.07876	4.44	235.2 ± 66.3	0.38 ± 0.00		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>				(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)		weighted mean (8 of 10)				183.8 ± 8.7
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>				(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>39</sup> Ar				(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)						
<sup>37</sup> Ar				(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)						
<sup>36</sup> Cl λ <sub>a</sub>				(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)						



Sample: LPR02-A		Lab #: FG-711-719		J = 0.00028820 ± 0.00000219		D(1) Irradiation # 60		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-711	636 °C	6.017E-15	0.0000144	0.649	0.0000786	0.723	0.0000276	0.458	0.0012989	0.258	0.0043918	0.194	1.009119	0.07
FG-712	702 °C	9.448E-15	0.0000227	0.530	0.0001616	0.531	0.0000592	0.411	0.0029079	0.279	0.0068961	0.246	1.009592	0.07
FG-713	754 °C	1.089E-14	0.0000257	0.420	0.0002390	0.549	0.0000868	0.299	0.0042341	0.217	0.0079479	0.234	1.009832	0.07
FG-714	809 °C	9.110E-15	0.0000214	0.666	0.0001973	0.586	0.0000719	0.361	0.0033692	0.287	0.0066499	0.269	1.009565	0.07
FG-715	877 °C	1.210E-14	0.0000289	0.435	0.0002398	0.558	0.0000795	0.220	0.0037305	0.121	0.0088347	0.076	1.010008	0.07
FG-716	947 °C	1.201E-14	0.0000289	0.444	0.0002052	0.581	0.0000575	0.299	0.0026506	0.117	0.0087658	0.075	1.009997	0.07
FG-717	1003 °C	1.264E-14	0.0000308	0.451	0.0001618	0.826	0.0000423	0.378	0.0018522	0.148	0.0092242	0.134	1.010089	0.07
FG-718	1098 °C	2.318E-14	0.0000568	0.380	0.0002872	0.692	0.0000596	0.375	0.0025332	0.147	0.0169219	0.117	1.011635	0.07
FG-719	1157 °C	2.168E-14	0.0000537	0.381	0.0002685	0.692	0.0000559	0.376	0.0023769	0.147	0.0158213	0.117	1.009	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
3.14	0.10614 ± 0.04458	5.21	55.2 ± 23.2		7.11 ± 0.11	
2.96	0.07030 ± 0.02708	11.65	36.6 ± 14.1		7.74 ± 0.09	
4.60	0.08626 ± 0.01746	16.97	44.9 ± 9.1		7.62 ± 0.09	
5.17	0.10214 ± 0.02718	13.50	53.1 ± 14.1		7.34 ± 0.10	
3.65	0.08655 ± 0.02025	14.95	45.0 ± 10.5		6.69 ± 0.08	
2.78	0.09182 ± 0.02907	10.62	47.7 ± 15.1		5.56 ± 0.07	
1.45	0.07231 ± 0.04634	7.42	37.6 ± 24.1		4.92 ± 0.08	
1.02	0.06799 ± 0.05278	10.15	35.4 ± 27.4		3.79 ± 0.05	
0.08	0.00547 ± 0.05323	9.52	2.8 ± 27.7		3.81 ± 0.05	
weighted mean (8 of 9)			45.0 ± 5.0			

Sample: LPR02-B		Lab #: FG-667-675		J = 0.00029500 ± 0.00000065		D(1) Irradiation # 60		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± S <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± S <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± S <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± S <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± S <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	±S <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-667	643 °C	6.921E-15	0.0000165	0.522	0.0001110	0.554	0.0000385	0.413	0.0019176	0.194	0.0050518	0.107	1.009253	0.07
FG-668	693 °C	9.571E-15	0.0000225	0.575	0.0002476	0.415	0.0000890	0.316	0.0042149	0.090	0.0069863	0.086	1.009437	0.07
FG-669	751 °C	9.769E-15	0.0000231	0.568	0.0002313	0.659	0.0000761	0.331	0.0036336	0.089	0.0071309	0.093	1.009674	0.07
FG-670	804 °C	9.969E-15	0.0000238	0.431	0.0002252	0.390	0.0000608	0.336	0.0029417	0.147	0.0072769	0.091	1.009645	0.07
FG-671	868 °C	9.199E-15	0.0000221	0.469	0.0001690	0.446	0.0000414	0.427	0.0019290	0.106	0.0067148	0.071	1.009676	0.07
FG-672	929 °C	1.398E-14	0.0000342	0.415	0.0002347	0.451	0.0000475	0.309	0.0021172	0.135	0.0102067	0.072	1.009702	0.07
FG-673	994 °C	1.669E-14	0.0000405	0.321	0.0005070	0.435	0.0000896	0.270	0.0041479	0.129	0.0121838	0.064	1.009584	0.07
FG-674	1078 °C	1.401E-14	0.0000340	0.423	0.0002344	0.390	0.0000475	0.309	0.0021149	0.129	0.0102281	0.053	1.010289	0.07
FG-675	1157 °C	1.660E-14	0.0000400	0.422	0.0005057	0.386	0.0000893	0.306	0.0041415	0.129	0.0121133	0.090	1.010678	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
3.58	0.09433 ± 0.02716	7.06	50.2 ± 14.5		7.43 ± 0.09	
5.27	0.08740 ± 0.01834	15.52	46.5 ± 9.8		7.32 ± 0.06	
4.57	0.08966 ± 0.02165	13.38	47.7 ± 11.5		6.75 ± 0.09	
3.72	0.09204 ± 0.02110	10.83	49.0 ± 11.2		5.62 ± 0.05	
2.85	0.09918 ± 0.03218	7.10	52.8 ± 17.1		4.91 ± 0.04	
1.23	0.05910 ± 0.04018	7.80	31.5 ± 21.4		3.88 ± 0.04	
2.28	0.06693 ± 0.01890	15.27	35.6 ± 10.1		3.52 ± 0.03	
1.94	0.09400 ± 0.04057	7.79	50.0 ± 21.6		3.88 ± 0.03	
2.91	0.08514 ± 0.02465	15.25	45.3 ± 13.1		3.52 ± 0.03	
weighted mean (9 of 9)			45.2 ± 4.3			

Sample: LPR03

Lab #: FG-603-611

J = 0.00040130 ± 0.00000417

D(1)  
Irradiation # 61

Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-603	598 °C	1.806E-14	0.0000434	0.342	0.0002759	0.428	0.0000528	0.305	0.0027547	0.154	0.0131849	0.117	1.010882	0.07
FG-604	655 °C	1.481E-14	0.0000356	0.362	0.0005683	0.349	0.0000965	0.236	0.0055685	0.091	0.0108111	0.075	1.010406	0.07
FG-605	725 °C	1.550E-14	0.0000370	0.418	0.0014092	0.362	0.0002347	0.306	0.0139124	0.293	0.0113161	0.341	1.010502	0.07
FG-606	812 °C	1.765E-14	0.0000416	0.520	0.0025537	0.415	0.0004626	0.291	0.0275830	0.219	0.0128848	0.152	1.010826	0.07
FG-607	862 °C	1.354E-14	0.0000327	0.385	0.0017789	0.344	0.0002626	0.228	0.0151343	0.156	0.0098828	0.144	1.010233	0.07
FG-608	926 °C	1.197E-14	0.0000291	0.464	0.0011575	0.364	0.0001412	0.221	0.0080650	0.235	0.0087341	0.117	1.009989	0.07
FG-609	1012 °C	1.258E-14	0.0000309	0.431	0.0008819	0.385	0.0000769	0.346	0.0041441	0.198	0.0091835	0.168	1.010077	0.07
FG-610	1105 °C	1.196E-14	0.0000296	0.487	0.0011309	0.459	0.0000502	0.416	0.0026684	0.295	0.0087320	0.269	1.009996	0.07
FG-611	1198 °C	1.734E-14	0.0000435	0.405	0.0027467	0.387	0.0000430	0.388	0.0019607	0.240	0.0126595	0.244	1.010818	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
2.87	0.13737 ± 0.03383	3.37	99.4 ± 24.5		4.29 ± 0.04	
3.12	0.06060 ± 0.01400	6.81	43.9 ± 10.1		4.21 ± 0.03	
4.55	0.03704 ± 0.00862	17.01	26.8 ± 6.2		4.24 ± 0.04	
6.69	0.03127 ± 0.00486	33.73	22.6 ± 3.5		4.64 ± 0.04	
4.25	0.02774 ± 0.00528	18.50	20.1 ± 3.8		3.66 ± 0.03	
3.11	0.03373 ± 0.01022	9.86	24.4 ± 7.4		3.00 ± 0.03	
1.56	0.03467 ± 0.02042	5.07	25.1 ± 14.8		2.02 ± 0.02	
1.09	0.03570 ± 0.03652	3.26	25.8 ± 26.4		1.01 ± 0.01	
0.90	0.05817 ± 0.06187	2.39	42.1 ± 44.8		0.31 ± 0.00	
weighted mean (7 of 9)			22.6 ± 2.3			

Sample: LPR04-A

Lab #: FG-738-746

J = 0.00029770 ± 0.00000086

D(1)  
Irradiation # 59

Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-738	635 °C	1.693E-15	0.0000040	0.999	0.0001027	0.789	0.0000266	0.373	0.0013002	0.130	0.0012358	0.156	1.008518	0.07
FG-739	702 °C	3.298E-15	0.0000076	0.877	0.0002030	0.522	0.0000606	0.270	0.0029911	0.119	0.0024071	0.090	1.008743	0.07
FG-740	760 °C	4.512E-15	0.0000106	0.559	0.0002363	0.679	0.0000835	0.253	0.0035077	0.151	0.0032935	0.134	1.008916	0.07
FG-741	821 °C	5.153E-15	0.0000120	0.616	0.0002530	0.508	0.0000937	0.223	0.0036633	0.143	0.0037616	0.075	1.00901	0.07
FG-742	882 °C	3.805E-15	0.0000088	0.564	0.0002357	0.481	0.0000713	0.276	0.0030219	0.131	0.0027775	0.105	1.008822	0.07
FG-743	980 °C	2.661E-15	0.0000064	0.772	0.0001386	0.652	0.0000280	0.353	0.0012718	0.156	0.0019425	0.127	1.008656	0.07
FG-744	1065 °C	5.138E-15	0.0000124	0.712	0.0002463	0.503	0.0000322	0.524	0.0016057	0.150	0.0037505	0.143	1.009006	0.07
FG-745	1135 °C	1.580E-14	0.0000383	0.407	0.0007435	0.455	0.0000779	0.310	0.0039167	0.144	0.0115348	0.083	1.01051	0.07
FG-746	1188 °C	1.822E-14	0.0000446	0.392	0.0014865	0.402	0.0000812	0.332	0.0042924	0.101	0.0132961	0.067	1.010878	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
5.37	0.05102 ± 0.01839	5.08	27.4 ± 9.9		5.44 ± 0.09	
7.66	0.06167 ± 0.01325	11.70	33.1 ± 7.1		6.34 ± 0.07	
6.05	0.05682 ± 0.01026	13.72	30.5 ± 5.5		6.38 ± 0.09	
6.17	0.06334 ± 0.01206	14.33	34.0 ± 6.5		6.23 ± 0.07	
7.76	0.07130 ± 0.00986	11.82	38.3 ± 5.3		5.51 ± 0.05	
3.46	0.05292 ± 0.02329	4.97	28.4 ± 12.5		3.95 ± 0.05	
2.87	0.06700 ± 0.03321	6.28	36.0 ± 17.8		2.80 ± 0.03	
2.55	0.07502 ± 0.02406	15.32	40.3 ± 12.9		2.26 ± 0.02	
2.06	0.06384 ± 0.02445	16.78	34.3 ± 13.1		1.24 ± 0.01	
weighted mean (9 of 9)			33.7 ± 2.6			

Sample: LPR04-B		Lab #: FG-748-756		J = 0.00029500 ± 0.00000103		D(1) Irradiation # 60		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-748	635 °C	3.632E-15	0.0000086	0.675	0.0001829	0.524	0.0000442	0.263	0.0021772	0.195	0.0026513	0.108	1.008771	0.07
FG-749	701 °C	4.850E-15	0.0000112	0.579	0.0003077	0.491	0.0000854	0.258	0.0041112	0.117	0.0035399	0.094	1.008937	0.07
FG-750	760 °C	7.075E-15	0.0000165	0.622	0.0004116	0.464	0.0001455	0.218	0.0064009	0.098	0.0051641	0.081	1.009272	0.07
FG-751	821 °C	7.880E-15	0.0000184	0.482	0.0003842	0.495	0.0001449	0.210	0.0058565	0.102	0.0057516	0.078	1.009392	0.07
FG-752	883 °C	6.652E-15	0.0000154	0.492	0.0003631	0.475	0.0001103	0.220	0.0047410	0.127	0.0048552	0.088	1.009215	0.07
FG-753	943 °C	6.320E-15	0.0000151	0.477	0.0002635	0.614	0.0000657	0.283	0.0028883	0.183	0.0046128	0.094	1.009168	0.07
FG-754	1009 °C	6.227E-15	0.0000150	0.467	0.0002127	0.686	0.0000395	0.386	0.0018214	0.263	0.0045454	0.240	1.009158	0.07
FG-755	1102 °C	1.630E-14	0.0000397	0.397	0.0005628	0.437	0.0000631	0.351	0.0031420	0.207	0.0118987	0.165	1.010625	0.07
FG-756	1187 °C	2.402E-14	0.0000588	0.411	0.0011698	0.457	0.0000854	0.252	0.0042583	0.177	0.0175347	0.127	1.011772	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
5.43	0.06613 ± 0.01589	6.15	35.2 ± 8.5		5.12 ± 0.06	
7.30	0.06288 ± 0.00949	11.61	33.5 ± 5.1		5.74 ± 0.06	
6.58	0.05311 ± 0.00957	18.08	28.3 ± 5.1		6.69 ± 0.06	
6.26	0.06149 ± 0.00908	16.55	32.7 ± 4.8		6.55 ± 0.07	
6.84	0.07010 ± 0.00965	13.39	37.3 ± 5.1		5.61 ± 0.06	
3.62	0.05784 ± 0.01509	8.16	30.8 ± 8.0		4.71 ± 0.06	
2.72	0.06792 ± 0.02576	5.15	36.1 ± 13.7		3.68 ± 0.05	
1.81	0.06843 ± 0.03222	8.88	36.4 ± 17.1		2.40 ± 0.02	
1.72	0.07086 ± 0.03511	12.03	37.7 ± 18.7		1.56 ± 0.02	
weighted mean (9 of 9)			33.1 ± 2.3			

Sample: LPR05-A		Lab #: FG-802-809		J = 0.00041110 ± 0.00000251		D(1) Irradiation # 62		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-802	637 °C	1.523E-15	0.0000036	1.339	0.0001106	0.792	0.0000079	0.647	0.0004741	0.285	0.0011118	0.215	1.008469	0.07
FG-803	703 °C	1.782E-15	0.0000042	1.262	0.0002028	0.699	0.0000134	0.562	0.0008594	0.174	0.0013007	0.207	1.008509	0.07
FG-804	787 °C	2.995E-15	0.0000070	0.765	0.0004813	0.580	0.0000343	0.316	0.0022172	0.126	0.0021862	0.110	1.008688	0.07
FG-805	866 °C	5.322E-15	0.0000124	0.720	0.0009085	0.472	0.0000587	0.270	0.0037103	0.100	0.0038848	0.090	1.009027	0.07
FG-806	943 °C	4.020E-15	0.0000097	0.492	0.0006391	0.528	0.0000275	0.345	0.0017061	0.119	0.0029344	0.119	1.00884	0.07
FG-807	1026 °C	3.106E-15	0.0000075	0.708	0.0004698	0.535	0.0000167	0.639	0.0010030	0.192	0.0022673	0.140	1.008713	0.07
FG-808	1102 °C	2.413E-15	0.0000060	0.725	0.0003515	0.505	0.0000115	0.637	0.0006399	0.191	0.0017610	0.150	1.00862	0.07
FG-809	1171 °C	3.720E-15	0.0000092	0.667	0.0005230	0.669	0.0000090	0.964	0.0004445	0.252	0.0027152	0.236	1.00862	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
4.08	0.09578 ± 0.06176	4.29	71.0 ± 45.8		1.84 ± 0.03	
6.01	0.09093 ± 0.03709	7.77	67.4 ± 27.5		1.82 ± 0.03	
7.57	0.07463 ± 0.01448	20.06	55.3 ± 10.7		1.98 ± 0.02	
8.06	0.08442 ± 0.01439	33.57	62.6 ± 10.7		1.76 ± 0.02	
4.84	0.08322 ± 0.01703	15.43	61.7 ± 12.6		1.15 ± 0.01	
3.92	0.08863 ± 0.03216	9.07	65.7 ± 23.9		0.92 ± 0.01	
2.23	0.06140 ± 0.04076	5.79	45.5 ± 30.2		0.78 ± 0.01	
1.99	0.12142 ± 0.08665	4.02	90.1 ± 64.3		0.37 ± 0.01	
weighted mean (8 of 8)			60.3 ± 6.0			

Sample: LPR05-B		Lab #: FG-774-782				J = 0.00039900 ± 0.00000096				D(1) Irradiation # 62		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS			
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	±s <sub>D</sub>	
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s	
FG-774	637 °C	1.954E-15	0.0000046	0.959	0.0001319	0.763	0.0000088	1.055	0.0005478	0.205	0.0014265	0.221	1.00853	0.07	
FG-775	703 °C	2.623E-15	0.0000063	0.701	0.0002772	0.603	0.0000173	1.140	0.0011340	0.183	0.0019146	0.151	1.008632	0.07	
FG-776	761 °C	3.709E-15	0.0000087	0.640	0.0005027	0.476	0.0000360	0.293	0.0023235	0.127	0.0027076	0.134	1.008791	0.07	
FG-777	819 °C	4.216E-15	0.0000100	0.757	0.0006366	0.534	0.0000445	0.318	0.0029319	0.150	0.0030773	0.153	1.008873	0.07	
FG-778	875 °C	4.666E-15	0.0000111	0.649	0.0006609	0.522	0.0000345	0.444	0.0022093	0.110	0.0034059	0.097	1.008931	0.07	
FG-779	931 °C	4.371E-15	0.0000106	0.667	0.0005935	0.501	0.0000235	0.400	0.0014795	0.157	0.0031904	0.132	1.00889	0.07	
FG-780	1007 °C	4.033E-15	0.0000099	0.653	0.0005220	0.533	0.0000182	0.465	0.0010854	0.170	0.0029439	0.111	1.008845	0.07	
FG-781	1074 °C	2.966E-15	0.0000073	0.643	0.0004059	0.715	0.0000138	0.557	0.0007998	0.159	0.0021651	0.156	1.008697	0.07	
FG-782	1134 °C	2.951E-15	0.0000074	0.716	0.0004191	0.484	0.0000094	0.627	0.0004908	0.197	0.0021541	0.138	1.008704	0.07	

Atmospheric argon ratios				% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>				295.5 ± 0.0						
				Steiger & Jäger (1977)						
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>				0.1869 ± 0.0001						
				Nier (1950)						
Interfering isotope production ratios										
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>				(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	5.10	0.13283 ± 0.04926	4.21	95.6 ± 35.5	1.79 ± 0.03
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>				(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	3.98	0.06724 ± 0.02367	8.72	48.4 ± 17.0	1.76 ± 0.02
<sup>(39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>				(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	7.01	0.08170 ± 0.01454	17.87	58.8 ± 10.5	1.99 ± 0.02
<sup>(36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>				(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	6.67	0.07004 ± 0.01555	22.55	50.4 ± 11.2	1.98 ± 0.02
						5.44	0.08382 ± 0.01958	16.99	60.3 ± 14.1	1.44 ± 0.02
						4.04	0.08716 ± 0.02877	11.38	62.7 ± 20.7	1.07 ± 0.01
						2.37	0.06439 ± 0.03582	8.35	46.3 ± 25.8	0.89 ± 0.01
						2.81	0.07603 ± 0.03559	6.15	54.7 ± 25.6	0.85 ± 0.01
						0.81	0.03553 ± 0.06494	3.77	25.6 ± 46.7	0.50 ± 0.01
						weighted mean (8 of 9)			56.2 ± 6.2	
Decay constants										
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>				(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)					
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>				(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)					
<sup>39</sup> Ar				(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)					
<sup>37</sup> Ar				(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)					
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>				(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)					

Sample: LPR05-C		Lab #: FG-964-972		J = 0.00048400 ± 0.00000484		D(1) Irradiation # 73		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± S <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± S <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± S <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± S <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± S <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	±S <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-964	649 °C	4.296E-15	0.0000106	0.612	0.0001781	1.025	0.0000143	0.748	0.0007745	0.275	0.0031355	0.146	1.011656	0.1
FG-965	722 °C	5.226E-15	0.0000127	0.668	0.0003923	0.663	0.0000291	0.414	0.0017225	0.129	0.0038149	0.117	1.01185	0.1
FG-966	779 °C	6.664E-15	0.0000160	0.558	0.0007949	0.540	0.0000578	0.405	0.0035639	0.166	0.0048641	0.115	1.012147	0.1
FG-967	825 °C	6.471E-15	0.0000155	0.527	0.0010190	0.489	0.0000754	0.345	0.0048125	0.125	0.0047234	0.142	1.012109	0.1
FG-968	878 °C	5.055E-15	0.0000119	0.695	0.0009235	0.569	0.0000597	0.300	0.0037752	0.126	0.0036899	0.121	1.011822	0.1
FG-969	935 °C	5.526E-15	0.0000134	0.612	0.0009888	0.509	0.0000472	0.360	0.0029249	0.139	0.0040337	0.110	1.011918	0.1
FG-970	1004 °C	4.518E-15	0.0000112	0.617	0.0008150	0.539	0.0000292	0.576	0.0017699	0.161	0.0032982	0.125	1.011713	0.1
FG-971	1067 °C	3.612E-15	0.0000089	0.765	0.0005694	0.578	0.0000194	0.535	0.0011319	0.140	0.0026362	0.132	1.011529	0.1
FG-972	1127 °C	4.675E-15	0.0000115	0.637	0.0006419	0.558	0.0000211	0.477	0.0012097	0.208	0.0034126	0.131	1.011747	0.1

Atmospheric argon ratios				% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>				295.5 ± 0.0						
				Steiger & Jäger (1977)						
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>				0.1869 ± 0.0001						
				Nier (1950)						
Interfering isotope production ratios										
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>				(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	0.40	0.01612 ± 0.05108	3.57	14.1 ± 44.6	1.87 ± 0.04
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>				(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	2.83	0.06259 ± 0.02956	7.94	54.6 ± 25.8	1.89 ± 0.03
<sup>(39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>				(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	4.79	0.06535 ± 0.01511	16.44	57.1 ± 13.2	1.93 ± 0.02
<sup>(36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>				(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	5.25	0.05150 ± 0.01045	22.19	45.0 ± 9.1	2.03 ± 0.02
						7.20	0.07034 ± 0.01320	17.41	61.4 ± 11.5	1.76 ± 0.02
						4.46	0.06156 ± 0.01687	13.49	53.8 ± 14.7	1.27 ± 0.01
						2.17	0.04049 ± 0.02363	8.16	35.4 ± 20.6	0.93 ± 0.01
						2.46	0.05738 ± 0.03618	5.22	50.1 ± 31.6	0.85 ± 0.01
						2.22	0.06270 ± 0.03666	5.58	54.7 ± 32.0	0.81 ± 0.01
						weighted mean (8 of 9)			51.7 ± 5.9	
Decay constants										
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>				(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)					
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>				(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)					
<sup>39</sup> Ar				(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)					
<sup>37</sup> Ar				(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)					
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>				(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)					

Sample: LPR06-A		Lab #: FG-558-576		J = 0.00030180 ± 0.00000085		D(1) Irradiation # 59		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-568	647 °C	1.274E-15	0.0000025	1.327	0.0002396	0.407	0.0000148	0.565	0.0009819	0.257	0.0009298	0.819	1.008464	0.07
FG-569	707 °C	1.526E-15	0.0000029	1.328	0.0003828	0.385	0.0000222	0.452	0.0014650	0.267	0.0011140	0.676	1.008509	0.07
FG-570	754 °C	1.753E-15	0.0000035	1.522	0.0004664	0.689	0.0000224	0.607	0.0014039	0.405	0.0012796	0.628	1.008542	0.2
FG-571	808 °C	2.138E-15	0.0000046	1.282	0.0005402	0.673	0.0000189	0.703	0.0011865	0.364	0.0015606	0.554	1.008596	0.2
FG-572	867 °C	2.512E-15	0.0000054	1.115	0.0007297	0.752	0.0000228	0.639	0.0014320	0.370	0.0018339	0.453	1.008646	0.2
FG-573	924 °C	2.533E-15	0.0000056	1.045	0.0007630	0.719	0.0000190	0.661	0.0012032	0.344	0.0018489	0.436	1.008647	0.2
FG-574	1012 °C	2.999E-15	0.0000070	0.933	0.0010064	0.645	0.0000182	0.867	0.0010601	0.284	0.0021889	0.362	1.008714	0.2
FG-575	1104 °C	3.559E-15	0.0000087	1.024	0.0012614	0.663	0.0000146	0.704	0.0007894	0.373	0.0025981	0.417	1.008805	0.2
FG-576	1196 °C	1.018E-14	0.0000259	0.877	0.0040850	0.631	0.0000259	0.675	0.0012602	0.303	0.0074326	0.162	1.009685	0.2

Atmospheric argon ratios		% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)		(ka)				
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)						
		24.32	0.23031 ± 0.02512	9.11	125.4 ± 13.7		1.762 ± 0.017	
		28.08	0.21355 ± 0.01846	13.59	116.3 ± 10.0		1.645 ± 0.015	
		23.88	0.21769 ± 0.02508	13.03	118.5 ± 13.7		1.294 ± 0.021	
		17.16	0.22582 ± 0.03271	11.01	122.9 ± 17.8		0.944 ± 0.014	
		16.64	0.21321 ± 0.02768	13.29	116.1 ± 15.1		0.843 ± 0.014	
		14.28	0.21961 ± 0.03203	11.16	119.6 ± 17.4		0.678 ± 0.011	
		10.58	0.21861 ± 0.03945	9.83	119.0 ± 21.5		0.453 ± 0.006	
		6.39	0.21050 ± 0.07237	7.32	114.6 ± 39.4		0.269 ± 0.004	
		3.13	0.18539 ± 0.10873	11.66	100.9 ± 59.2		0.132 ± 0.002	
		weighted mean (9 of 9)				118.9 ± 5.4		

Interfering isotope production ratios								
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data						
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data						
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data						
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data						

Decay constants								
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)						
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)						
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)						

Sample: LPR06-B		Lab #: FG-594-602		J = 0.00029940 ± 0.00000054		D(1) Irradiation # 59		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-594	600 °C	8.392E-16	0.0000018	1.448	0.0001194	0.522	0.0000064	0.743	0.0003995	0.234	0.0006126	1.389	1.0084	0.07
FG-595	674 °C	1.105E-15	0.0000021	1.480	0.0002414	0.520	0.0000141	0.673	0.0009370	0.354	0.0008063	1.036	1.008444	0.07
FG-596	749 °C	1.812E-15	0.0000033	1.146	0.0004795	0.310	0.0000275	0.357	0.0018134	0.140	0.0013223	0.617	1.008544	0.07
FG-597	819 °C	2.155E-15	0.0000044	1.063	0.0006225	0.518	0.0000239	0.630	0.0015056	0.234	0.0015730	0.586	1.008591	0.07
FG-598	905 °C	2.635E-15	0.0000057	1.004	0.0007996	0.324	0.0000238	0.325	0.0015076	0.169	0.0019235	0.420	1.008709	0.07
FG-599	989 °C	2.533E-15	0.0000058	0.623	0.0008460	0.325	0.0000167	0.678	0.0010456	0.177	0.0018486	0.433	1.008644	0.07
FG-600	1069 °C	2.136E-15	0.0000051	0.866	0.0007076	0.329	0.0000101	0.583	0.0005695	0.221	0.0015592	0.522	1.008595	0.07
FG-601	1161 °C	4.472E-15	0.0000112	0.596	0.0017564	0.307	0.0000149	0.634	0.0008107	0.214	0.0032643	0.257	1.008944	0.07
FG-602	1228 °C	7.078E-15	0.0000189	0.471	0.0048778	0.319	0.0000135	0.681	0.0005618	0.220	0.0051666	0.237	1.009335	0.07

Atmospheric argon ratios		% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)		(ka)				
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)						
		13.86	0.21252 ± 0.05790	4.37	114.8 ± 31.3		1.439 ± 0.016	
		26.09	0.22460 ± 0.02660	10.25	121.3 ± 14.4		1.668 ± 0.021	
		29.78	0.21721 ± 0.01533	19.83	117.3 ± 8.3		1.626 ± 0.011	
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	20.96	0.21909 ± 0.02225	16.46	118.3 ± 12.0		1.040 ± 0.012	
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	16.75	0.21378 ± 0.02495	16.48	115.5 ± 13.5		0.810 ± 0.006	
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	12.55	0.22204 ± 0.02555	11.43	119.9 ± 13.8		0.531 ± 0.004	
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	8.58	0.23503 ± 0.05401	6.22	126.9 ± 29.2		0.346 ± 0.003	
		4.97	0.20038 ± 0.05294	8.85	108.2 ± 28.6		0.198 ± 0.001	
		2.49	0.23075 ± 0.10498	6.10	124.6 ± 56.7		0.049 ± 0.000	
		weighted mean (9 of 9)				118.0 ± 5.0		

Decay constants								
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)						
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)						
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)						

Sample: LPR08-A      Lab #: FG-658-666       $J = 0.00041300 \pm 0.00000306$       D(1) Irradiation # 61      Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-658	641 °C	9.595E-15	0.0000232	0.533	0.0009189	0.433	0.0000436	0.454	0.0016896	0.231	0.0070035	0.160	1.009642	0.07
FG-659	692 °C	1.131E-14	0.0000269	0.436	0.0016235	0.385	0.0000744	0.242	0.0028599	0.108	0.0082552	0.065	1.009893	0.07
FG-660	750 °C	1.481E-14	0.0000347	0.368	0.0024857	0.349	0.0001406	0.222	0.0052136	0.135	0.0108101	0.059	1.010409	0.07
FG-661	802 °C	1.645E-14	0.0000383	0.401	0.0023622	0.376	0.0001472	0.190	0.0055729	0.171	0.0120072	0.164	1.010632	0.07
FG-662	872 °C	1.231E-14	0.0000289	0.448	0.0021585	0.381	0.0000784	0.252	0.0042476	0.186	0.0089826	0.130	1.010039	0.07
FG-663	932 °C	9.720E-15	0.0000226	0.527	0.0024651	0.449	0.0000659	0.450	0.0040175	0.227	0.0070950	0.161	1.009659	0.07
FG-664	1000 °C	1.265E-14	0.0000300	0.458	0.0023877	0.367	0.0000612	0.353	0.0035750	0.168	0.0092352	0.122	1.010087	0.07
FG-665	1080 °C	1.011E-14	0.0000248	0.407	0.0009414	0.402	0.0000228	0.537	0.0010966	0.222	0.0073822	0.232	1.00972	0.07
FG-666	1163 °C	1.459E-14	0.0000365	0.457	0.0013419	0.385	0.0000211	0.269	0.0008069	0.109	0.0106513	0.063	1.010386	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
(ka)						
3.60	0.14912 ± 0.04524	5.81	111.1 ± 33.7		0.79 ± 0.01	
5.95	0.17171 ± 0.02456	9.83	127.9 ± 18.3		0.76 ± 0.01	
7.57	0.15701 ± 0.01474	17.93	117.0 ± 11.0		0.90 ± 0.01	
8.01	0.17259 ± 0.01779	19.17	128.6 ± 13.3		1.01 ± 0.01	
7.60	0.16079 ± 0.01886	14.61	119.8 ± 14.1		0.85 ± 0.01	
9.86	0.17414 ± 0.01846	13.81	129.7 ± 13.8		0.70 ± 0.01	
6.72	0.17381 ± 0.02364	12.29	129.5 ± 17.6		0.64 ± 0.01	
2.13	0.14362 ± 0.06288	3.77	107.0 ± 46.8		0.50 ± 0.00	
0.04	0.00470 ± 0.12351	2.77	3.5 ± 92.0		0.26 ± 0.00	
weighted mean (8 of 9)			123.6 ± 5.9			

Sample: LPR08-B      Lab #: FG-612-620       $J = 0.00039680 \pm 0.00000647$       D(1) Irradiation # 61      Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-612	644 °C	1.243E-14	0.0000305	0.491	0.0011225	0.353	0.0000515	0.504	0.0020557	0.199	0.0090763	0.146	1.010059	0.07
FG-613	696 °C	1.218E-14	0.0000290	0.410	0.0017203	0.348	0.0000796	0.379	0.0030889	0.165	0.0088899	0.138	1.010022	0.07
FG-614	769 °C	1.536E-14	0.0000359	0.351	0.0022227	0.337	0.0001364	0.246	0.0050144	0.141	0.0112119	0.137	1.010487	0.07
FG-615	837 °C	1.319E-14	0.0000309	0.423	0.0018477	0.384	0.0000898	0.249	0.0040182	0.187	0.0096245	0.156	1.01017	0.07
FG-616	899 °C	9.971E-15	0.0000233	0.407	0.0020446	0.397	0.0000593	0.355	0.0035535	0.229	0.0072780	0.153	1.0097	0.07
FG-617	965 °C	8.800E-15	0.0000207	0.589	0.0020075	0.347	0.0000500	0.379	0.0030430	0.159	0.0064231	0.141	1.009524	0.07
FG-618	1034 °C	8.708E-15	0.0000211	0.465	0.0008991	0.390	0.0000237	0.529	0.0012608	0.284	0.0063560	0.219	1.009514	0.07
FG-619	1098 °C	9.984E-15	0.0000245	0.468	0.0008359	0.329	0.0000165	0.570	0.0006954	0.202	0.0072873	0.109	1.009703	0.07
FG-620	1189 °C	3.077E-14	0.0000770	0.318	0.0028184	0.332	0.0000334	0.452	0.0010248	0.207	0.0224580	0.102	1.012773	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
(ka)						
1.96	0.08679 ± 0.04506	8.65	62.1 ± 32.3		0.79 ± 0.01	
5.90	0.16988 ± 0.02408	13.00	121.6 ± 17.2		0.77 ± 0.01	
7.57	0.16935 ± 0.01610	21.11	121.2 ± 11.5		0.97 ± 0.01	
7.17	0.17170 ± 0.02067	16.92	122.9 ± 14.8		0.93 ± 0.01	
8.52	0.17462 ± 0.01702	14.96	125.0 ± 12.2		0.75 ± 0.01	
8.15	0.17221 ± 0.02448	12.81	123.3 ± 17.5		0.65 ± 0.00	
3.38	0.17037 ± 0.05111	5.31	122.0 ± 36.6		0.60 ± 0.01	
1.79	0.18828 ± 0.10036	2.93	134.8 ± 71.8		0.36 ± 0.00	
0.14	0.03138 ± 0.14854	4.31	22.5 ± 106.3		0.16 ± 0.00	
weighted mean (7 of 9)			122.9 ± 7.3			

Sample: RGC01		Lab #: FG-867-875		J = 0.00046580 ± 0.00000792		D(1) Irradiation # 72		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-867	594 °C	1.216E-14	0.0000298	0.372	0.0001388	0.582	0.0000101	0.537	0.0002560	0.285	0.0088768	0.084	1.013187	0.07
FG-868	650 °C	8.120E-15	0.0000199	0.447	0.0001695	0.614	0.0000085	1.062	0.0002614	0.256	0.0059273	0.103	1.01231	0.07
FG-869	725 °C	3.409E-15	0.0000081	0.664	0.0002382	0.453	0.0000088	0.596	0.0003693	0.322	0.0024883	0.200	1.011294	0.07
FG-870	759 °C	3.554E-15	0.0000084	0.833	0.0002514	0.445	0.0000091	0.804	0.0004038	0.295	0.0025944	0.197	1.011325	0.07
FG-871	811 °C	3.646E-15	0.0000088	0.730	0.0002284	0.481	0.0000077	0.799	0.0003442	0.367	0.0026616	0.173	1.011346	0.07
FG-872	875 °C	5.487E-15	0.0000133	0.602	0.0002139	0.495	0.0000074	1.124	0.0002927	0.355	0.0040052	0.147	1.011744	0.07
FG-874	943 °C	1.605E-14	0.0000398	0.388	0.0003306	0.398	0.0000146	0.589	0.0004447	0.297	0.0117135	0.078	1.014037	0.07
FG-875	1023 °C	1.914E-14	0.0000477	0.413	0.0004410	0.408	0.0000039	15.913	0.0005705	0.221	0.0139725	0.097	1.014721	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
0.81	0.28264 ± 0.26284	8.70	237.5 ± 220.8			0.79 ± 0.01
0.92	0.20930 ± 0.20685	8.88	175.9 ± 173.8			0.66 ± 0.01
4.62	0.31140 ± 0.09051	12.55	261.7 ± 76.0			0.67 ± 0.01
5.38	0.34596 ± 0.10561	13.72	290.7 ± 88.7			0.69 ± 0.01
3.70	0.28638 ± 0.11309	11.70	240.6 ± 95.0			0.65 ± 0.01
2.10	0.28814 ± 0.16733	9.95	242.1 ± 140.6			0.59 ± 0.01
0.06	0.01708 ± 0.20956	15.11	14.3 ± 176.1			0.58 ± 0.01
0.43	0.10536 ± 0.20928	19.39	88.5 ± 175.9			0.56 ± 0.01
weighted mean (6 of 8)			255.9 ± 44.9			

Sample: RGC02-A		Lab #: FG-820-828		J = 0.00041170 ± 0.00000181		D(1) Irradiation # 62		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-820	638 °C	3.873E-15	0.0000091	0.944	0.0003825	0.735	0.0000142	0.667	0.0006792	0.258	0.0028270	0.268	1.008809	0.07
FG-821	704 °C	4.163E-15	0.0000097	0.726	0.0006353	0.594	0.0000190	0.440	0.0008509	0.159	0.0030389	0.140	1.008854	0.07
FG-822	753 °C	4.518E-15	0.0000104	0.508	0.0008976	0.507	0.0000254	0.624	0.0011332	0.134	0.0032981	0.131	1.008896	0.07
FG-823	824 °C	5.359E-15	0.0000123	0.709	0.0010724	0.529	0.0000266	0.337	0.0013818	0.137	0.0039120	0.144	1.009015	0.07
FG-824	877 °C	6.277E-15	0.0000145	0.497	0.0009874	0.640	0.0000223	0.757	0.0012308	0.267	0.0045817	0.300	1.009162	0.07
FG-825	929 °C	5.620E-15	0.0000134	0.545	0.0008296	0.560	0.0000155	0.887	0.0008502	0.267	0.0041019	0.248	1.009082	0.07
FG-826	1006 °C	5.370E-15	0.0000128	0.624	0.0010313	0.719	0.0000155	0.760	0.0008316	0.292	0.0039195	0.233	1.009049	0.07
FG-827	1102 °C	4.501E-15	0.0000107	0.508	0.0009917	0.577	0.0000134	0.634	0.0006665	0.272	0.0032851	0.341	1.008911	0.07
FG-828	1189 °C	7.802E-15	0.0000195	0.571	0.0015646	0.581	0.0000136	0.705	0.0005052	0.241	0.0056952	0.187	1.009403	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
6.86	0.28585 ± 0.07767	8.36	212.3 ± 57.7			0.763 ± 0.012
8.36	0.29860 ± 0.04980	10.47	221.8 ± 37.0			0.576 ± 0.007
9.63	0.28043 ± 0.02873	13.94	208.3 ± 21.3			0.542 ± 0.006
10.04	0.28446 ± 0.03827	17.00	211.3 ± 28.4			0.554 ± 0.006
9.03	0.33640 ± 0.04123	15.14	249.8 ± 30.6			0.536 ± 0.007
5.63	0.27190 ± 0.05623	10.46	201.9 ± 41.8			0.440 ± 0.005
6.62	0.31215 ± 0.06087	10.23	231.8 ± 45.2			0.346 ± 0.005
7.24	0.35714 ± 0.05894	8.20	265.2 ± 43.8			0.289 ± 0.004
1.99	0.22522 ± 0.13731	6.20	167.3 ± 102.0			0.138 ± 0.002
weighted mean (9 of 9)			221.1 ± 14.4			

Sample: RGC02-B		Lab #: FG-783-791		J = 0.00039560 ± 0.00000154		D(1) Irradiation # 62		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-783	634 °C	2.790E-15	0.0000065	0.763	0.0002768	0.676	0.0000103	1.002	0.0005127	0.323	0.0020368	0.270	1.008653	0.07
FG-784	699 °C	2.762E-15	0.0000064	0.888	0.0004413	0.631	0.0000128	0.616	0.0005869	0.248	0.0020160	0.272	1.008652	0.07
FG-785	759 °C	3.634E-15	0.0000082	0.762	0.0007787	0.590	0.0000206	0.597	0.0009503	0.289	0.0026529	0.235	1.00878	0.07
FG-786	816 °C	4.007E-15	0.0000090	0.827	0.0008620	0.590	0.0000206	0.567	0.0010924	0.292	0.0029245	0.270	1.008835	0.07
FG-787	874 °C	3.992E-15	0.0000093	0.661	0.0006847	0.542	0.0000146	0.679	0.0008362	0.251	0.0029138	0.245	1.008834	0.07
FG-788	929 °C	4.383E-15	0.0000103	0.665	0.0007742	0.505	0.0000135	0.930	0.0007606	0.249	0.0031993	0.264	1.008892	0.07
FG-789	1006 °C	3.681E-15	0.0000086	0.848	0.0009211	0.559	0.0000130	1.175	0.0007297	0.274	0.0026867	0.318	1.008806	0.07
FG-790	1103 °C	5.450E-15	0.0000131	0.579	0.0012852	0.580	0.0000164	0.722	0.0008376	0.279	0.0039780	0.244	1.009076	0.07
FG-791	1196 °C	8.259E-15	0.0000206	0.495	0.0016801	0.520	0.0000139	0.683	0.0004964	0.289	0.0060285	0.251	1.009494	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
7.64	216.8 ± 43.5	7.54	216.8 ± 43.5		0.796 ± 0.012	
9.07	222.5 ± 42.8	8.63	222.5 ± 42.8		0.571 ± 0.008	
11.69	233.0 ± 29.4	13.97	233.0 ± 29.4		0.524 ± 0.007	
11.85	226.5 ± 30.8	16.06	226.5 ± 30.8		0.545 ± 0.007	
8.55	212.8 ± 33.3	12.29	212.8 ± 33.3		0.525 ± 0.006	
7.93	238.4 ± 41.1	11.18	238.4 ± 41.1		0.422 ± 0.005	
9.75	256.4 ± 45.2	10.73	256.4 ± 45.2		0.340 ± 0.004	
6.15	208.7 ± 41.8	12.31	208.7 ± 41.8		0.280 ± 0.004	
2.28	198.4 ± 97.2	7.28	198.4 ± 97.2		0.127 ± 0.002	
weighted mean (9 of 9)			225.9 ± 13.1			

Sample: RGC03		Lab #: FG-848-857		J = 0.00040550 ± 0.00000685		D(1) Irradiation # 61		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-848	639 °C	2.596E-14	0.0000640	0.305	0.0005330	0.606	0.0000299	0.517	0.0008701	0.244	0.0189461	0.173	1.012045	0.06
FG-850	694 °C	2.541E-14	0.0000626	0.371	0.0009956	0.555	0.0000422	0.412	0.0013022	0.290	0.0185454	0.207	1.011955	0.06
FG-851	744 °C	2.029E-14	0.0000500	0.322	0.0013230	0.493	0.0000445	0.306	0.0014811	0.174	0.0148137	0.045	1.011208	0.06
FG-852	800 °C	1.920E-14	0.0000474	0.374	0.0015521	0.517	0.0000446	0.285	0.0017045	0.192	0.0140123	0.142	1.011049	0.06
FG-853	858 °C	1.747E-14	0.0000430	0.360	0.0011894	0.564	0.0000349	0.578	0.0014169	0.187	0.0127511	0.208	1.010797	0.06
FG-854	903 °C	1.324E-14	0.0000327	0.379	0.0008878	0.666	0.0000236	0.589	0.0010209	0.323	0.0096658	0.198	1.010174	0.06
FG-855	955 °C	9.736E-15	0.0000240	0.353	0.0007936	0.611	0.0000176	0.481	0.0007910	0.282	0.0071064	0.194	1.009668	0.06
FG-856	999 °C	1.014E-14	0.0000253	0.315	0.0008702	0.541	0.0000162	0.557	0.0006966	0.206	0.0074002	0.081	1.009728	0.06
FG-857	1100 °C	1.779E-14	0.0000443	0.299	0.0012352	0.618	0.0000204	0.531	0.0006637	0.265	0.0129845	0.167	1.010851	0.06

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
0.47	0.10213 ± 0.15266	8.75	74.7 ± 111.7		0.702 ± 0.009	
0.84	0.11922 ± 0.12076	13.09	87.2 ± 88.3		0.562 ± 0.007	
1.31	0.13162 ± 0.06484	14.89	96.3 ± 47.4		0.481 ± 0.005	
1.37	0.11294 ± 0.06574	17.14	82.6 ± 48.1		0.472 ± 0.005	
1.38	0.12444 ± 0.07467	14.25	91.0 ± 54.6		0.512 ± 0.006	
1.06	0.10061 ± 0.08103	10.26	73.6 ± 59.3		0.494 ± 0.007	
1.47	0.13243 ± 0.07237	7.95	96.9 ± 52.9		0.428 ± 0.006	
0.42	0.04517 ± 0.06977	7.00	33.0 ± 51.0		0.344 ± 0.004	
0.19	0.03787 ± 0.13499	6.67	27.7 ± 98.7		0.231 ± 0.003	
weighted mean (7 of 9)			88.1 ± 22.2			



Sample: RGC04-A		Lab #: FG-757-764		J = 0.00039050 ± 0.00000121		D(1) Irradiation # 61		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-757	643 °C	1.434E-14	0.0000329	0.366	0.0008349	0.473	0.0000845	0.221	0.0037434	0.149	0.0104652	0.084	1.010332	0.07
FG-758	702 °C	2.977E-14	0.0000685	0.356	0.0019658	0.443	0.0001842	0.233	0.0082068	0.152	0.0217325	0.111	1.012632	0.07
FG-759	759 °C	2.907E-14	0.0000666	0.336	0.0017016	0.451	0.0001789	0.227	0.0079468	0.110	0.0212175	0.055	1.012484	0.07
FG-760	815 °C	3.435E-14	0.0000787	0.324	0.0022485	0.437	0.0002149	0.257	0.0095829	0.166	0.0250747	0.125	1.01333	0.07
FG-761	885 °C	3.325E-14	0.0000760	0.324	0.0026049	0.450	0.0001966	0.265	0.0088184	0.162	0.0242666	0.123	1.013158	0.07
FG-762	933 °C	1.886E-14	0.0000445	0.376	0.0013847	0.525	0.0000851	0.403	0.0036518	0.297	0.0137685	0.112	1.011006	0.07
FG-763	1003 °C	1.188E-14	0.0000283	0.425	0.0007545	0.473	0.0000363	0.450	0.0014117	0.160	0.0086688	0.091	1.009992	0.07
FG-764	1073 °C	6.283E-15	0.0000151	0.438	0.0005245	0.443	0.0000167	0.270	0.0006464	0.111	0.0045863	0.128	1.009191	0.07

Atmospheric argon ratios			% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
<sup>(<sup>40</sup>Ar/<sup>36</sup>Ar)</sup> <sub>A</sub>			(ka)						
295.5 ± 0.0			Steiger & Jäger (1977)						
<sup>(<sup>38</sup>Ar/<sup>36</sup>Ar)</sup> <sub>A</sub>			Nier (1950)						
0.1869 ± 0.0001									
			7.86	0.21978 ± 0.01964	8.51	154.8 ± 13.8		1.93 ± 0.02	
			7.80	0.20664 ± 0.01854	18.65	145.6 ± 13.1		1.79 ± 0.02	
			8.11	0.21659 ± 0.01694	18.06	152.6 ± 11.9		2.01 ± 0.02	
			8.24	0.21566 ± 0.01706	21.78	151.9 ± 12.0		1.83 ± 0.02	
			8.65	0.23802 ± 0.01787	20.04	167.7 ± 12.6		1.46 ± 0.01	
			5.64	0.21258 ± 0.02839	8.30	149.8 ± 20.0		1.13 ± 0.01	
			4.57	0.28051 ± 0.05155	3.21	197.6 ± 36.3		0.80 ± 0.01	
			4.28	0.30392 ± 0.06297	1.47	214.1 ± 44.4		0.53 ± 0.00	
			weighted mean (6 of 8)			154.2 ± 6.4			
Interfering isotope production ratios									
<sup>(<sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar)</sup> <sub>K</sub>			(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>						
			2014 lab data						
<sup>(<sup>38</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar)</sup> <sub>K</sub>			(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>						
			2014 lab data						
<sup>(<sup>39</sup>Ar/<sup>37</sup>Ar)</sup> <sub>Ca</sub>			(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>						
			2014 lab data						
<sup>(<sup>36</sup>Ar/<sup>37</sup>Ar)</sup> <sub>Ca</sub>			(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>						
			2014 lab data						
Decay constants									
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>			(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>						
			Steiger & Jäger (1977)						
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>			(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>						
			Steiger & Jäger (1977)						
<sup>39</sup> Ar			(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>						
			Stoenner et al. (1965)						
<sup>37</sup> Ar			(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>						
			Renne & Norman (2001)						
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>			(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>						
			Endt (1998)						

Sample: RGC04-B		Lab #: FG-839-847		J = 0.00040160 ± 0.00000683		D(1) Irradiation # 62		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-839	587 °C	6.384E-15	0.0000148	0.504	0.0003048	0.655	0.0000404	0.369	0.0016732	0.201	0.0046598	0.176	1.009173	0.07
FG-840	640 °C	1.021E-14	0.0000233	0.547	0.0006060	0.611	0.0000650	0.386	0.0027833	0.131	0.0074502	0.095	1.00973	0.07
FG-841	694 °C	1.791E-14	0.0000414	0.403	0.0012789	0.563	0.0001201	0.277	0.0052341	0.112	0.0130765	0.075	1.010832	0.07
FG-842	745 °C	2.618E-14	0.0000598	0.437	0.0018368	0.540	0.0001836	0.249	0.0078705	0.160	0.0191078	0.120	1.012075	0.07
FG-843	800 °C	3.219E-14	0.0000736	0.350	0.0021385	0.482	0.0002254	0.299	0.0095985	0.147	0.0234954	0.112	1.012971	0.07
FG-844	856 °C	3.410E-14	0.0000777	0.326	0.0027223	0.491	0.0002361	0.254	0.0101806	0.163	0.0248888	0.132	1.013281	0.07
FG-845	903 °C	2.143E-14	0.0000497	0.398	0.0018898	0.499	0.0001286	0.253	0.0055171	0.109	0.0156419	0.074	1.011378	0.07
FG-846	999 °C	1.647E-14	0.0000393	0.399	0.0012903	0.482	0.0000671	0.325	0.0026421	0.219	0.0120194	0.168	1.010653	0.07
FG-847	1111 °C	6.356E-15	0.0000154	0.447	0.0006599	0.521	0.0000203	0.346	0.0007671	0.219	0.0046397	0.172	1.009183	0.07

Atmospheric argon ratios			% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>			(ka)						
295.5 ± 0.0			Steiger & Jäger (1977)						
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>			Nier (1950)						
0.1869 ± 0.0001									
			7.16	0.19933 ± 0.02804	3.62	144.4 ± 20.3		2.36 ± 0.03	
			8.30	0.22230 ± 0.02759	6.02	161.1 ± 20.0		1.97 ± 0.02	
			7.56	0.18890 ± 0.01924	11.31	136.9 ± 13.9		1.76 ± 0.02	
			8.65	0.20994 ± 0.02047	17.01	152.1 ± 14.8		1.84 ± 0.02	
			8.46	0.20706 ± 0.01681	20.75	150.0 ± 12.2		1.93 ± 0.02	
			8.99	0.21988 ± 0.01609	22.00	159.3 ± 11.7		1.61 ± 0.02	
			7.54	0.21396 ± 0.02161	11.92	155.0 ± 15.7		1.25 ± 0.01	
			4.56	0.20754 ± 0.03825	5.71	150.4 ± 27.7		0.88 ± 0.01	
			3.25	0.19697 ± 0.05715	1.66	142.7 ± 41.4		0.50 ± 0.01	
			weighted mean (9 of 9)			151.2 ± 7.4			
Interfering isotope production ratios									
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>			(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>						
			2014 lab data						
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>			(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>						
			2014 lab data						
<sup>(39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>			(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>						
			2014 lab data						
<sup>(36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>			(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>						
			2014 lab data						
Decay constants									
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>			(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>						
			Steiger & Jäger (1977)						
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>			(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>						
			Steiger & Jäger (1977)						
<sup>39</sup> Ar			(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>						
			Stoenner et al. (1965)						
<sup>37</sup> Ar			(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>						
			Renne & Norman (2001)						
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>			(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>						
			Endt (1998)						

Sample: RGC07		Lab #: FG-829-838		J = 0.00040650 ± 0.00000606		D(1) Irradiation # 61		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS							
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>	
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s	
FG-829	636 °C	6.298E-15	0.0000152	0.542	0.0005805	0.557	0.0000582	0.380	0.0027404	0.193	0.0045970	0.112	1.009166	0.07	
FG-830	702 °C	9.604E-15	0.0000232	0.484	0.0009272	0.505	0.0000906	0.205	0.0043756	0.116	0.0070105	0.086	1.009643	0.07	
FG-832	753 °C	1.397E-14	0.0000337	0.428	0.0013481	0.500	0.0001364	0.261	0.0066198	0.109	0.0101952	0.070	1.010281	0.07	
FG-833	823 °C	2.120E-14	0.0000514	0.374	0.0017642	0.480	0.0001750	0.254	0.0084306	0.131	0.0154772	0.105	1.011356	0.07	
FG-834	877 °C	2.510E-14	0.0000610	0.394	0.0017628	0.546	0.0001528	0.315	0.0072659	0.187	0.0183224	0.144	1.011925	0.07	
FG-835	930 °C	2.024E-14	0.0000496	0.422	0.0014191	0.592	0.0000887	0.328	0.0041805	0.222	0.0147702	0.175	1.011204	0.07	
FG-836	990 °C	1.899E-14	0.0000468	0.326	0.0011777	0.523	0.0000490	0.279	0.0021580	0.096	0.0138602	0.083	1.011021	0.07	
FG-837	1051 °C	2.176E-14	0.0000539	0.401	0.0011466	0.516	0.0000340	0.436	0.0012768	0.151	0.0158843	0.076	1.011391	0.07	
FG-838	1134 °C	3.124E-14	0.0000775	0.420	0.0019648	0.592	0.0000408	0.333	0.0013338	0.231	0.0228047	0.175	1.012836	0.07	
Atmospheric argon ratios															
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>		295.5 ± 0.0		Steiger & Jäger (1977)		% <sup>40</sup> Ar*		<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s		% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>		Age		± 2s	
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>		0.1869 ± 0.0001		Nier (1950)								(ka)		K/Ca	
Interfering isotope production ratios															
<sup>(40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>		(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>		2014 lab data		3.84		0.06449 ± 0.01816		7.14		47.3 ± 13.3		2.03 ± 0.02	
<sup>(38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>		(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>		2014 lab data		3.72		0.05966 ± 0.01543		11.40		43.8 ± 11.3		2.03 ± 0.02	
<sup>(39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>		(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>		2014 lab data		3.91		0.06025 ± 0.01305		17.25		44.2 ± 9.6		2.11 ± 0.02	
<sup>(36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>		(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>		2014 lab data		3.11		0.05708 ± 0.01405		21.97		41.9 ± 10.3		2.05 ± 0.02	
						2.61		0.06572 ± 0.02090		18.93		48.2 ± 15.3		1.77 ± 0.02	
						1.77		0.06269 ± 0.03212		10.89		46.0 ± 23.6		1.27 ± 0.02	
						1.16		0.07438 ± 0.04316		5.62		54.5 ± 31.7		0.79 ± 0.01	
						0.49		0.06053 ± 0.10185		3.32		44.4 ± 74.7		0.48 ± 0.01	
						0.48		0.08151 ± 0.15655		3.47		59.8 ± 114.8		0.29 ± 0.00	
Decay constants															
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>		(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>		Steiger & Jäger (1977)											
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>		(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>		Steiger & Jäger (1977)											
<sup>39</sup> Ar		(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>		Stoenner et al. (1965)											
<sup>37</sup> Ar		(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>		Renne & Norman (2001)											
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>		(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>		Endt (1998)											

Sample: RGC08-A		Lab #: FG-792-801		J = 0.00040750 ± 0.00000130		D(1) Irradiation # 63		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-792	632 °C	6.090E-15	0.0000146	0.604	0.0003055	0.615	0.0000275	0.635	0.0012218	0.144	0.0044449	0.120	1.009136	0.07
FG-794	697 °C	9.506E-15	0.0000224	0.458	0.0005317	0.519	0.0000440	0.265	0.0019324	0.164	0.0069384	0.088	1.009631	0.07
FG-795	756 °C	1.755E-14	0.0000409	0.404	0.0010553	0.585	0.0000911	0.432	0.0040535	0.296	0.0128073	0.287	1.010808	0.07
FG-796	815 °C	3.071E-14	0.0000721	0.354	0.0016408	0.477	0.0001444	0.241	0.0064125	0.124	0.0224161	0.099	1.012753	0.07
FG-797	871 °C	3.314E-14	0.0000775	0.309	0.0022051	0.477	0.0001710	0.215	0.0076787	0.152	0.0241907	0.128	1.013131	0.07
FG-798	926 °C	2.826E-14	0.0000652	0.353	0.0024876	0.453	0.0001619	0.244	0.0073603	0.127	0.0206243	0.082	1.012386	0.07
FG-799	986 °C	2.373E-14	0.0000554	0.373	0.0021855	0.507	0.0001195	0.226	0.0054945	0.201	0.0173245	0.170	1.011724	0.07
FG-800	1045 °C	2.101E-14	0.0000510	0.361	0.0011166	0.475	0.0000514	0.329	0.0020940	0.112	0.0153385	0.097	1.011285	0.07
FG-801	1133 °C	3.748E-14	0.0000924	0.355	0.0012440	0.457	0.0000360	0.402	0.0009416	0.203	0.0273605	0.071	1.013773	0.07

Atmospheric argon ratios		% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0				(ka)			
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001							
		3.97	0.14453 ± 0.04346	3.29	106.2 ± 31.9		1.72 ± 0.02	
		5.43	0.19502 ± 0.03201	5.20	143.4 ± 23.5		1.56 ± 0.02	
		6.64	0.20999 ± 0.03019	10.90	154.4 ± 22.2		1.65 ± 0.02	
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	5.73	0.20024 ± 0.02453	17.24	147.2 ± 18.0		1.68 ± 0.02	
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	6.39	0.20142 ± 0.02015	20.65	148.1 ± 14.8		1.50 ± 0.01	
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	7.86	0.22040 ± 0.01909	19.79	162.0 ± 14.0		1.27 ± 0.01	
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	6.92	0.21842 ± 0.02472	14.77	160.6 ± 18.2		1.08 ± 0.01	
		2.62	0.19186 ± 0.05387	5.63	141.0 ± 39.6		0.81 ± 0.01	
		0.68	0.19766 ± 0.21012	2.53	145.3 ± 154.5		0.33 ± 0.00	
		weighted mean (8 of 9)				153.3 ± 7.1		

Decay constants	
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>
Endt (1998)	

Steiger & Jäger (1977)	
Steiger & Jäger (1977)	
Stoennner et al. (1965)	
Renne & Norman (2001)	

Sample: RGC08-B		Lab #: FG-810-819				J = 0.00040340 ± 0.00000335				D(1) Irradiation # 63		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS			
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>	
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s	
FG-810	634 °C	5.498E-15	0.0000131	0.608	0.0002303	0.789	0.0000212	0.479	0.0008895	0.245	0.0040133	0.147	1.009044	0.07	
FG-811	699 °C	7.506E-15	0.0000175	0.485	0.0004506	0.539	0.0000370	0.418	0.0016336	0.155	0.0054789	0.107	1.009338	0.07	
FG-812	749 °C	1.371E-14	0.0000323	0.338	0.0006871	0.538	0.0000611	0.293	0.0026636	0.135	0.0100107	0.069	1.010246	0.07	
FG-814	821 °C	1.982E-14	0.0000461	0.391	0.0011365	0.549	0.0000984	0.320	0.0043844	0.251	0.0144636	0.229	1.011174	0.07	
FG-815	875 °C	2.690E-14	0.0000624	0.344	0.0017204	0.480	0.0001346	0.212	0.0059930	0.096	0.0196368	0.116	1.012154	0.07	
FG-816	928 °C	2.261E-14	0.0000525	0.316	0.0019261	0.523	0.0001243	0.291	0.0056830	0.225	0.0165051	0.168	1.011552	0.07	
FG-817	989 °C	1.624E-14	0.0000377	0.434	0.0014828	0.536	0.0000806	0.306	0.0036981	0.200	0.0118550	0.157	1.010616	0.07	
FG-818	1050 °C	1.371E-14	0.0000330	0.381	0.0008649	0.549	0.0000385	0.310	0.0015865	0.173	0.0100074	0.116	1.010244	0.07	
FG-819	1133 °C	3.089E-14	0.0000758	0.415	0.0015342	0.534	0.0000367	0.415	0.0011441	0.252	0.0225488	0.231	1.01269	0.07	

Atmospheric argon ratios			% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)	4.31	0.19444 ± 0.05454	3.21	141.5 ± 39.7		1.66 ± 0.03	
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)	6.56	0.21990 ± 0.03156	5.90	160.0 ± 23.0		1.56 ± 0.02	
Interfering isotope production ratios			5.46	0.20507 ± 0.02481	9.63	149.2 ± 18.1		1.67 ± 0.02	
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	6.76	0.22306 ± 0.02862	15.84	162.3 ± 20.8		1.66 ± 0.02	
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	7.01	0.22977 ± 0.02254	21.66	167.2 ± 16.4		1.50 ± 0.01	
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	7.22	0.20977 ± 0.01988	20.53	152.7 ± 14.5		1.27 ± 0.01	
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	7.30	0.23409 ± 0.02807	13.36	170.4 ± 20.4		1.07 ± 0.01	
Decay constants			3.56	0.22453 ± 0.04907	5.73	163.4 ± 35.7		0.79 ± 0.01	
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)	1.48	0.29290 ± 0.18619	4.13	213.2 ± 135.5		0.32 ± 0.00	
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)	weighted mean (9 of 9)			159.1 ± 7.6			
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)							
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)							
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)							

## Ardèche

Sample: BUR12-02A		Lab #: FG-955-963			J = 0.00046100 ± 0.00000558			D(1) Irradiation # 73		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS				
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-955	650 °C	1.242E-14	0.0000308	0.418	0.0001625	0.895	0.0000193	0.574	0.0005892	0.242	0.0090684	0.068	1.013232	0.07
FG-956	708 °C	1.019E-14	0.0000251	0.399	0.0003349	0.554	0.0000350	0.352	0.0011844	0.151	0.0074385	0.066	1.012773	0.07
FG-957	761 °C	6.164E-15	0.0000152	0.436	0.0003443	0.574	0.0000389	0.391	0.0013293	0.172	0.0044993	0.102	1.011939	0.07
FG-958	830 °C	7.051E-15	0.0000173	0.561	0.0004818	0.567	0.0000550	0.310	0.0019366	0.135	0.0051467	0.097	1.012129	0.07
FG-959	882 °C	6.741E-15	0.0000166	0.451	0.0005212	0.567	0.0000477	0.288	0.0017611	0.145	0.0049203	0.086	1.012063	0.07
FG-960	942 °C	7.659E-15	0.0000189	0.418	0.0005362	0.476	0.0000389	0.379	0.0015272	0.155	0.0055908	0.092	1.01226	0.07
FG-961	1002 °C	9.157E-15	0.0000227	0.460	0.0005257	0.483	0.0000307	0.443	0.0012229	0.198	0.0066836	0.062	1.012561	0.07
FG-962	1060 °C	9.325E-15	0.0000231	0.488	0.0003839	0.519	0.0000194	0.521	0.0007110	0.192	0.0068069	0.077	1.012605	0.07
FG-963	1154 °C	1.192E-14	0.0000297	0.479	0.0005662	0.518	0.0000208	0.403	0.0008014	0.164	0.0087007	0.060	1.013135	0.07

Atmospheric argon ratios			% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)	0.18	0.02773 ± 0.13093	5.33	23.1 ± 108.9		0.544 ± 0.010	
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)	0.97	0.06109 ± 0.05062	10.71	50.8 ± 42.1		0.530 ± 0.006	
Interfering isotope production ratios			1.24	0.04183 ± 0.03022	12.02	34.8 ± 25.1		0.579 ± 0.007	
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	1.48	0.03936 ± 0.03015	17.51	32.7 ± 25.1		0.603 ± 0.007	
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data	1.29	0.03601 ± 0.02567	15.92	30.0 ± 21.3		0.507 ± 0.006	
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	0.93	0.03406 ± 0.03136	13.80	28.3 ± 26.1		0.427 ± 0.004	
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data	0.60	0.03253 ± 0.05087	11.05	27.1 ± 42.3		0.349 ± 0.004	
Decay constants			0.19	0.01777 ± 0.09507	6.43	14.8 ± 79.1		0.278 ± 0.003	
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)	0.31	0.03371 ± 0.10603	7.24	28.0 ± 88.2		0.212 ± 0.002	
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)	weighted mean (7 of 9)			32.1 ± 11.1			
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)							
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)							
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)							

Sample: BUR12-02B		Lab #: FG-974-981		J = 0.00047350 ± 0.00000327		D(1) Irradiation # 73		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-974	650 °C	1.499E-14	0.0000370	0.428	0.0001691	3.398	0.0000218	0.320	0.0006549	0.203	0.0109441	0.117	1.013774	0.07
FG-975	723 °C	1.238E-14	0.0000306	0.381	0.0003910	1.558	0.0000402	0.346	0.0013898	0.148	0.0090401	0.158	1.013236	0.07
FG-976	799 °C	1.044E-14	0.0000256	0.502	0.0006946	0.912	0.0000771	0.306	0.0027166	0.188	0.0076184	0.164	1.012833	0.07
FG-977	860 °C	9.972E-15	0.0000245	0.389	0.0008020	0.830	0.0000808	0.246	0.0029190	0.106	0.0072788	0.117	1.012741	0.07
FG-978	930 °C	1.248E-14	0.0000308	0.418	0.0009155	0.753	0.0000674	0.145	0.0026565	0.114	0.0091128	0.113	1.013287	0.07
FG-979	996 °C	1.286E-14	0.0000317	0.424	0.0007653	0.843	0.0000468	0.382	0.0018936	0.122	0.0093894	0.096	1.013361	0.07
FG-980	1055 °C	1.093E-14	0.0000270	0.417	0.0004423	1.334	0.0000247	0.216	0.0009272	0.148	0.0079812	0.135	1.012967	0.07
FG-981	1155 °C	1.839E-14	0.0000458	0.346	0.0007684	0.855	0.0000323	0.340	0.0012084	0.212	0.0134256	0.085	1.014375	0.07

Atmospheric argon ratios		% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
		(ka)						
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)						
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)						
Interfering isotope production ratios								
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data						
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data						
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data						
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data						
Decay constants								
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)						
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)						
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)						

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
						(ka)
0.34	0.05735 ± 0.14816	4.56	49.1 ± 126.9	0.581 ± 0.040		
0.40	0.02633 ± 0.05373	9.67	22.5 ± 46.0	0.533 ± 0.017		
1.61	0.04511 ± 0.02947	18.91	38.6 ± 25.2	0.587 ± 0.011		
1.60	0.03993 ± 0.02023	20.32	34.2 ± 17.3	0.546 ± 0.009		
1.08	0.03715 ± 0.02974	18.49	31.8 ± 25.5	0.435 ± 0.007		
1.07	0.05294 ± 0.04307	13.18	45.3 ± 36.9	0.371 ± 0.006		
0.78	0.06679 ± 0.07530	6.45	57.2 ± 64.5	0.314 ± 0.008		
0.07	0.00787 ± 0.07979	8.41	6.7 ± 68.3	0.236 ± 0.004		
weighted mean (7 of 8)			35.8 ± 11.2			

Sample: BOR12-03		Lab #: N1311-01-08		J = 0.00035190 ± 0.00000317		D(1) Irradiation # 79		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	±s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		
N1311-01	633 °C	5.498E-15	0.0000133	0.740	0.0002101	0.475	0.0000142	0.572	0.0003171	0.404	0.0040131	0.255	1.01253	0.1
N1311-02	686 °C	4.172E-15	0.0000100	0.903	0.0002764	0.405	0.0000179	0.542	0.0004435	0.243	0.0030452	0.314	1.01236	0.1
N1311-03	733 °C	3.564E-15	0.0000083	0.930	0.0003411	0.410	0.0000224	0.545	0.0006458	0.157	0.0026017	0.385	1.01228	0.1
N1311-04	802 °C	3.198E-15	0.0000074	1.073	0.0003353	0.385	0.0000207	0.537	0.0007255	0.224	0.0023345	0.419	1.01223	0.1
N1311-05	868 °C	3.631E-15	0.0000083	0.971	0.0004236	0.404	0.0000201	0.575	0.0008999	0.198	0.0026506	0.377	1.01229	0.1
N1311-06	932 °C	3.684E-15	0.0000085	1.133	0.0004322	0.399	0.0000150	0.426	0.0007840	0.233	0.0026889	0.392	1.0123	0.1
N1311-07	1007 °C	4.452E-15	0.0000107	0.814	0.0004993	0.394	0.0000116	0.666	0.0005545	0.224	0.0032496	0.350	1.01241	0.1
N1311-08	1082 °C	7.870E-15	0.0000194	0.680	0.0006076	0.375	0.0000108	0.855	0.0003636	0.234	0.0057445	0.228	1.01286	0.1

Atmospheric argon ratios		% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
		(ka)						
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)						
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)						
Interfering isotope production ratios								
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data						
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data						
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data						
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data						
Decay constants								
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)						
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)						
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)						
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)						

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
						(ka)
2.32	0.29356 ± 0.19529	6.70	186.4 ± 124.0	0.226 ± 0.003		
4.15	0.28502 ± 0.12772	9.37	180.9 ± 81.1	0.241 ± 0.002		
6.82	0.27501 ± 0.07742	13.64	174.6 ± 49.1	0.284 ± 0.002		
8.54	0.27494 ± 0.06974	15.33	174.5 ± 44.3	0.324 ± 0.003		
9.27	0.27305 ± 0.05742	19.01	173.3 ± 36.4	0.319 ± 0.003		
8.60	0.29491 ± 0.07729	16.56	187.2 ± 49.1	0.272 ± 0.003		
4.54	0.26620 ± 0.10151	11.71	169.0 ± 64.4	0.166 ± 0.002		
1.57	0.24792 ± 0.22614	7.67	157.4 ± 143.6	0.090 ± 0.001		
weighted mean (8 of 8)			176.1 ± 19.9			

Sample: BOR12-04

Lab #: FG-936-945

 $J = 0.00048180 \pm 0.00000145$ D(1)  
Irradiation # 72Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		
FG-936	627 °C	3.345E-15	0.0000081	0.676	0.0002912	0.714	0.0000114	0.741	0.0003891	0.278	0.0024418	0.164	1.011351	0.07
FG-937	682 °C	2.867E-15	0.0000068	1.009	0.0003728	0.687	0.0000157	0.683	0.0004917	0.312	0.0020930	0.232	1.011255	0.07
FG-938	735 °C	3.403E-15	0.0000080	0.811	0.0005825	0.486	0.0000274	0.508	0.0007992	0.243	0.0024837	0.204	1.011369	0.07
FG-939	802 °C	3.354E-15	0.0000076	0.690	0.0007571	0.472	0.0000343	0.426	0.0011533	0.182	0.0024478	0.183	1.011361	0.07
FG-940	865 °C	3.438E-15	0.0000078	0.934	0.0007813	0.478	0.0000278	0.458	0.0013404	0.213	0.0025098	0.184	1.011382	0.07
FG-941	925 °C	3.244E-15	0.0000074	0.784	0.0006539	0.477	0.0000179	0.460	0.0010094	0.206	0.0023676	0.162	1.011343	0.07
FG-942	984 °C	2.949E-15	0.0000070	0.694	0.0006692	0.518	0.0000128	0.639	0.0007293	0.210	0.0021526	0.143	1.011283	0.07
FG-943	1045 °C	2.765E-15	0.0000068	0.953	0.0006936	0.464	0.0000093	0.888	0.0004827	0.250	0.0020179	0.156	1.011243	0.07
FG-944	1110 °C	3.056E-15	0.0000078	0.814	0.0006837	0.508	0.0000065	1.088	0.0002663	0.239	0.0022307	0.129	1.011305	0.07
FG-945	1185 °C	3.794E-15	0.0000098	0.566	0.0008062	0.465	0.0000062	0.968	0.0001849	0.349	0.0027696	0.178	1.011465	0.07

Atmospheric argon ratios			
$(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{A}}$	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)	
$(^{38}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{A}}$	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)	

Interfering isotope production ratios			
$(^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}}$	$(1.048 \pm 0.071) 10^{-3}$	2014 lab data	
$(^{38}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}}$	$(7.022 \pm 3.408) 10^{-3}$	2014 lab data	
$(^{39}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$	$(8.474 \pm 0.646) 10^{-4}$	2014 lab data	
$(^{36}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$	$(3.765 \pm 0.025) 10^{-4}$	2014 lab data	

Decay constants			
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	$(5.808 \pm 0.004) 10^{-11} \text{ a}^{-1}$	Steiger & Jäger (1977)	
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	$(4.962 \pm 0.009) 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	Steiger & Jäger (1977)	
<sup>39</sup> Ar	$(2.58 \pm 0.03) 10^{-3} \text{ a}^{-1}$	Stoennner et al. (1965)	
<sup>37</sup> Ar	$(5.4300 \pm 0.0063) 10^{-2} \text{ a}^{-1}$	Renne & Norman (2001)	
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	$(2.35 \pm 0.02) 10^{-6} \text{ a}^{-1}$	Endt (1998)	

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
3.90	0.24519 ± 0.08527	5.68	213.1 ± 74.1		0.200 ± 0.003	
5.64	0.24023 ± 0.08516	7.18	208.8 ± 74.0		0.198 ± 0.003	
7.50	0.23319 ± 0.04969	11.67	202.7 ± 43.2		0.206 ± 0.002	
11.21	0.23809 ± 0.02817	16.85	206.9 ± 24.5		0.228 ± 0.002	
12.10	0.22664 ± 0.03273	19.58	197.0 ± 28.4		0.257 ± 0.003	
11.03	0.25896 ± 0.03475	14.75	225.1 ± 30.2		0.231 ± 0.002	
7.82	0.23094 ± 0.04014	10.65	200.7 ± 34.9		0.163 ± 0.002	
4.44	0.18585 ± 0.08037	7.05	161.5 ± 69.9		0.104 ± 0.001	
0.50	0.04199 ± 0.14376	3.88	36.5 ± 125.0		0.058 ± 0.001	
1.48	0.22260 ± 0.18625	2.69	193.5 ± 161.9		0.034 ± 0.000	
weighted mean (8 of 10)			205.6 ± 13.0			

Sample: PIC12-08

Lab #: FG-876-883

 $J = 0.00046200 \pm 0.00000656$ D(1)  
Irradiation # 72Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-876	594 °C	3.495E-15	0.0000087	0.709	0.0001560	0.826	0.0000075	0.952	0.0002441	0.415	0.0025512	0.230	1.011376	0.07
FG-877	647 °C	2.204E-15	0.0000056	1.259	0.0002071	0.601	0.0000095	1.087	0.0003346	0.437	0.0016089	0.450	1.011112	0.07
FG-878	715 °C	2.685E-15	0.0000066	0.930	0.0005077	0.460	0.0000241	0.372	0.0008620	0.173	0.0019600	0.291	1.011221	0.07
FG-879	800 °C	3.385E-15	0.0000084	1.225	0.0009872	0.400	0.0000450	0.364	0.0018791	0.206	0.0024704	0.246	1.011374	0.07
FG-880	883 °C	4.311E-15	0.0000109	0.538	0.0012938	0.396	0.0000411	0.365	0.0022217	0.206	0.0031471	0.211	1.011559	0.07
FG-881	961 °C	5.439E-15	0.0000138	0.564	0.0016358	0.369	0.0000353	0.300	0.0021282	0.143	0.0039701	0.164	1.011798	0.07
FG-882	1026 °C	3.676E-15	0.0000094	0.850	0.0008465	0.397	0.0000133	0.510	0.0007376	0.199	0.0026835	0.202	1.011437	0.07
FG-883	1103 °C	4.876E-15	0.0000125	0.575	0.0007140	0.403	0.0000091	0.680	0.0004061	0.283	0.0035591	0.168	1.011702	0.07

Atmospheric argon ratios			
$(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{A}}$	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)	
$(^{38}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_{\text{A}}$	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)	

Interfering isotope production ratios			
$(^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}}$	$(1.048 \pm 0.071) 10^{-3}$	2014 lab data	
$(^{38}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}}$	$(7.022 \pm 3.408) 10^{-3}$	2014 lab data	
$(^{39}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$	$(8.474 \pm 0.646) 10^{-4}$	2014 lab data	
$(^{36}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$	$(3.765 \pm 0.025) 10^{-4}$	2014 lab data	

Decay constants			
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	$(5.808 \pm 0.004) 10^{-11} \text{ a}^{-1}$	Steiger & Jäger (1977)	
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	$(4.962 \pm 0.009) 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	Steiger & Jäger (1977)	
<sup>39</sup> Ar	$(2.58 \pm 0.03) 10^{-3} \text{ a}^{-1}$	Stoennner et al. (1965)	
<sup>37</sup> Ar	$(5.4300 \pm 0.0063) 10^{-2} \text{ a}^{-1}$	Renne & Norman (2001)	
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	$(2.35 \pm 0.02) 10^{-6} \text{ a}^{-1}$	Endt (1998)	

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
0.42	0.04415 ± 0.15737	2.77	36.8 ± 131.2		0.235 ± 0.004	
1.94	0.09320 ± 0.13251	3.80	77.7 ± 110.5		0.242 ± 0.004	
3.43	0.07796 ± 0.04411	9.78	65.0 ± 36.8		0.255 ± 0.003	
3.80	0.05004 ± 0.03309	21.32	41.7 ± 27.6		0.285 ± 0.003	
2.31	0.03268 ± 0.01672	25.21	27.2 ± 13.9		0.257 ± 0.002	
1.66	0.03098 ± 0.02255	24.15	25.8 ± 18.8		0.195 ± 0.002	
0.52	0.01896 ± 0.06548	8.37	15.8 ± 54.6		0.131 ± 0.001	
1.25	0.10991 ± 0.10855	4.60	91.6 ± 90.5		0.085 ± 0.001	
weighted mean (5 of 8)			31.0 ± 10.9			

Sample: AIZ12-09A

Lab #: FG-946-954

J = 0.00045500 ± 0.00000255

D(1)  
Irradiation # 73Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	±s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		
FG-946	650 °C	6.775E-15	0.0000170	0.524	0.0004660	0.574	0.0000164	0.527	0.0005333	0.203	0.0049454	0.144	1.012064	0.07
FG-947	701 °C	4.627E-15	0.0000117	0.538	0.0007164	0.513	0.0000259	0.383	0.0009421	0.110	0.0033773	0.115	1.011625	0.07
FG-948	752 °C	3.207E-15	0.0000081	0.730	0.0008062	0.469	0.0000292	0.419	0.0011471	0.166	0.0023408	0.143	1.01133	0.07
FG-949	809 °C	2.907E-15	0.0000073	0.690	0.0008358	0.464	0.0000275	0.415	0.0011400	0.255	0.0021216	0.173	1.01127	0.07
FG-950	865 °C	3.026E-15	0.0000077	0.626	0.0008564	0.444	0.0000206	0.543	0.0010459	0.252	0.0022089	0.205	1.011297	0.07
FG-951	912 °C	2.942E-15	0.0000075	0.903	0.0008380	0.497	0.0000165	0.599	0.0009783	0.176	0.0021475	0.148	1.01128	0.07
FG-952A	966 °C	2.927E-15	0.0000075	0.880	0.0009140	0.472	0.0000141	0.548	0.0008650	0.254	0.0021365	0.144	1.011277	0.07
FG-952B	1026 °C	2.988E-15	0.0000076	0.681	0.0007206	0.538	0.0000089	1.057	0.0004808	0.241	0.0021809	0.224	1.011288	0.07
FG-954	1104 °C	5.256E-15	0.0000132	0.551	0.0007888	0.473	0.0000088	0.799	0.0003581	0.281	0.0038366	0.163	1.011764	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
(ka)						
0.73	0.06757 ± 0.10248	7.12	55.5 ± 84.1		0.172 ± 0.002	
0.15	0.00529 ± 0.04032	12.58	4.3 ± 33.1		0.197 ± 0.002	
1.30	0.02659 ± 0.03115	15.32	21.8 ± 25.6		0.213 ± 0.002	
2.01	0.03742 ± 0.02713	15.22	30.7 ± 22.3		0.204 ± 0.002	
1.65	0.03488 ± 0.02856	13.96	28.6 ± 23.4		0.183 ± 0.002	
1.74	0.03815 ± 0.04124	13.06	31.3 ± 33.9		0.175 ± 0.002	
1.60	0.03964 ± 0.04546	11.55	32.5 ± 37.3		0.142 ± 0.002	
1.21	0.05513 ± 0.06660	6.42	45.3 ± 54.7		0.100 ± 0.001	
0.40	0.04346 ± 0.12554	4.78	35.7 ± 103.0		0.068 ± 0.001	
weighted mean (8 of 9)			26.6 ± 11.0			

Sample: AIZ12-09B

Lab #: FG-1037-1042

J = 0.00034450 ± 0.00000231

D(1)  
Irradiation # 79Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	±s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		
FG-1037	713 °C	1.214E-15	0.0000030	1.463	0.0003214	0.411	0.0000116	0.774	0.0004416	0.207	0.0008858	1.074	1.01197	0.1
FG-1038	784 °C	1.791E-15	0.0000045	1.087	0.0004733	0.390	0.0000135	0.531	0.0005978	0.181	0.0013070	0.722	1.01203	0.1
FG-1039	840 °C	2.305E-15	0.0000058	0.942	0.0006069	0.380	0.0000134	0.452	0.0007441	0.172	0.0016827	0.560	1.01211	0.1
FG-1040	900 °C	2.356E-15	0.0000060	0.836	0.0006897	0.376	0.0000119	0.434	0.0006463	0.181	0.0017196	0.551	1.01212	0.1
FG-1041	960 °C	2.614E-15	0.0000066	0.911	0.0004796	0.380	0.0000064	1.072	0.0003023	0.384	0.0019083	0.521	1.01216	0.1
FG-1042	1017 °C	2.441E-15	0.0000062	0.792	0.0003130	0.390	0.0000041	1.269	0.0001440	0.504	0.0017821	0.556	1.01214	0.1

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
(ka)						
2.51	0.05028 ± 0.07358	15.36	31.3 ± 45.7		0.206 ± 0.002	
2.74	0.05996 ± 0.05761	20.79	37.3 ± 35.8		0.189 ± 0.002	
2.22	0.05024 ± 0.05027	25.88	31.2 ± 31.2		0.184 ± 0.002	
2.14	0.05706 ± 0.05423	22.47	35.5 ± 33.7		0.140 ± 0.001	
1.02	0.06477 ± 0.13455	10.50	40.3 ± 83.6		0.094 ± 0.001	
0.68	0.08435 ± 0.24426	5.00	52.4 ± 151.8		0.069 ± 0.001	
weighted mean (5 of 6)			34.2 ± 17.4			

Sample: JAU12-10A

Lab #: FG-1043-1049

J = 0.00035760 ± 0.00000322

D(1)  
Irradiation # 79Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file #	Temp °C	<sup>40</sup> Ar (moles)	<sup>36</sup> Ar (V)	± 5 <sub>36</sub> %1s	<sup>37</sup> Ar (V)	± 5 <sub>37</sub> %1s	<sup>38</sup> Ar (V)	± 5 <sub>38</sub> %1s	<sup>39</sup> Ar (V)	± 5 <sub>39</sub> %1s	<sup>40</sup> Ar (V)	± 5 <sub>40</sub> %1s	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub> %1s
FG-1043	650 °C	5.304E-15	0.0000133	0.525	0.0004298	0.624	0.0000178	0.490	0.0008573	0.250	0.0038717	0.233	1.01251	0.07
FG-1044	709 °C	4.678E-15	0.0000116	0.741	0.0005878	0.482	0.0000208	0.364	0.0010875	0.166	0.0034145	0.234	1.01243	0.07
FG-1045	760 °C	3.618E-15	0.0000090	0.634	0.0004914	0.542	0.0000140	0.761	0.0007457	0.193	0.0026410	0.290	1.01229	0.07
FG-1046	814 °C	3.247E-15	0.0000081	0.806	0.0004810	0.539	0.0000122	0.629	0.0006879	0.203	0.0023703	0.325	1.01224	0.07
FG-1047	868 °C	2.739E-15	0.0000069	0.668	0.0004804	0.576	0.0000104	0.696	0.0005587	0.231	0.0019994	0.384	1.01218	0.07
FG-1048	939 °C	2.742E-15	0.0000069	0.963	0.0005234	0.520	0.0000084	1.041	0.0003708	0.176	0.0020016	0.380	1.01219	0.07
FG-1049	1011 °C	3.932E-15	0.0000101	0.407	0.0005720	0.479	0.0000075	0.686	0.0002732	0.224	0.0028700	0.268	1.01234	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
0.57	0.02591 ± 0.05267	18.72	16.7 ± 34.0		0.299 ± 0.004	
1.16	0.03638 ± 0.04913	23.74	23.5 ± 31.7		0.277 ± 0.003	
1.53	0.05431 ± 0.04963	16.28	35.0 ± 32.0		0.228 ± 0.003	
1.06	0.03647 ± 0.06059	15.02	23.5 ± 39.1		0.214 ± 0.002	
1.39	0.04965 ± 0.05575	12.19	32.0 ± 36.0		0.174 ± 0.002	
0.77	0.04142 ± 0.11401	8.09	26.7 ± 73.6		0.106 ± 0.001	
2.00	0.21062 ± 0.10570	5.96	135.9 ± 68.2		0.072 ± 0.001	
weighted mean (5 of 7)			28.6 ± 16.7			

Sample: JAU12-10B

Lab #: FG-1090-1095

J = 0.00034540 ± 0.00000266

D(1)  
Irradiation # 79Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file #	Temp °C	<sup>40</sup> Ar (moles)	<sup>36</sup> Ar (V)	± 5 <sub>36</sub> %1s	<sup>37</sup> Ar (V)	± 5 <sub>37</sub> %1s	<sup>38</sup> Ar (V)	± 5 <sub>38</sub> %1s	<sup>39</sup> Ar (V)	± 5 <sub>39</sub> %1s	<sup>40</sup> Ar (V)	± 5 <sub>40</sub> %1s	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub> %1s
FG-1090	653 °C	5.820E-15	0.0000144	0.571	0.0004749	0.331	0.0000197	0.437	0.0009620	0.203	0.0042481	0.119	1.01271	0.07
FG-1091	721 °C	5.418E-15	0.0000135	0.444	0.0006985	0.381	0.0000239	0.456	0.0012458	0.203	0.0039551	0.111	1.01267	0.07
FG-1092	797 °C	5.588E-15	0.0000139	0.506	0.0008185	0.356	0.0000221	0.436	0.0012097	0.148	0.0040786	0.131	1.01269	0.07
FG-1093	867 °C	3.985E-15	0.0000100	0.542	0.0006540	0.346	0.0000154	0.531	0.0008133	0.166	0.0029087	0.119	1.0125	0.07
FG-1094	940 °C	3.725E-15	0.0000094	0.602	0.0006572	0.341	0.0000109	0.711	0.0004806	0.158	0.0027192	0.140	1.01247	0.07
FG-1095	1010 °C	4.953E-15	0.0000126	0.517	0.0006359	0.347	0.0000088	0.688	0.0003073	0.233	0.0036150	0.118	1.01262	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
1.05	0.04636 ± 0.05165	19.17	28.9 ± 32.2		0.304 ± 0.002	
1.18	0.03744 ± 0.02931	24.83	23.3 ± 18.3		0.267 ± 0.002	
1.47	0.04967 ± 0.03549	24.11	30.9 ± 22.1		0.222 ± 0.002	
1.25	0.04489 ± 0.04020	16.20	28.0 ± 25.1		0.186 ± 0.001	
0.55	0.03134 ± 0.07150	9.57	19.5 ± 44.6		0.110 ± 0.001	
1.10	0.12972 ± 0.12866	6.12	80.8 ± 80.2		0.072 ± 0.001	
weighted mean (5 of 6)			26.6 ± 11.1			

Sample: SOU12-11A		Lab #: FG-982-988		J = 0.00046860 ± 0.00000234		D(1) Irradiation # 73		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-982	643 °C	5.832E-15	0.0000144	0.567	0.0002811	2.187	0.0000159	0.524	0.0003945	0.252	0.0042571	0.171	1.01196	0.1
FG-983	685 °C	4.114E-15	0.0000102	0.587	0.0003197	1.946	0.0000187	0.528	0.0004678	0.279	0.0030026	0.230	1.011611	0.1
FG-984	742 °C	3.964E-15	0.0000099	0.625	0.0004515	1.376	0.0000260	0.364	0.0006941	0.157	0.0028934	0.235	1.011594	0.1
FG-985	800 °C	4.222E-15	0.0000106	0.794	0.0005462	1.182	0.0000295	0.378	0.0009049	0.197	0.0030816	0.255	1.011644	0.1
FG-986	860 °C	4.408E-15	0.0000110	0.835	0.0005589	1.133	0.0000248	0.644	0.0009534	0.251	0.0032175	0.254	1.011684	0.1
FG-987	930 °C	5.007E-15	0.0000125	0.718	0.0005643	1.153	0.0000184	0.467	0.0009405	0.180	0.0036547	0.222	1.011805	0.1
FG-988	1020 °C	5.310E-15	0.0000134	0.618	0.0007510	0.901	0.0000137	0.569	0.0006878	0.270	0.0038760	0.178	1.011	0.1

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
0.89	0.09647 ± 0.12766	7.82	81.7 ± 108.2		0.210 ± 0.009	
0.56	0.03580 ± 0.08143	9.28	30.3 ± 69.0		0.219 ± 0.009	
0.47	0.01961 ± 0.05636	13.76	16.6 ± 47.8		0.230 ± 0.006	
0.36	0.01241 ± 0.05769	17.94	10.5 ± 48.9		0.248 ± 0.006	
0.45	0.01518 ± 0.05975	18.91	12.9 ± 50.6		0.256 ± 0.006	
0.26	0.01015 ± 0.05925	18.65	8.6 ± 50.2		0.250 ± 0.006	
0.10	0.00573 ± 0.07410	13.63	4.9 ± 62.8		0.137 ± 0.003	
weighted mean (6 of 7)			17.3 ± 22.7			

Sample: SOU12-11B		Lab #: FG-1064-1069		J = 0.00025553 ± 0.00000256		D(1) Irradiation # 80		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS						
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-1064	650 °C	7.875E-15	0.0000197	0.551	0.0004319	0.354	0.0000247	0.540	0.0006179	0.175	0.0057485	0.141	1.01285	0.07
FG-1065	707 °C	7.277E-15	0.0000181	0.465	0.0005745	0.330	0.0000321	0.338	0.0009031	0.184	0.0053120	0.143	1.01276	0.07
FG-1066	757 °C	6.635E-15	0.0000165	0.395	0.0005612	0.320	0.0000293	0.385	0.0009350	0.157	0.0048433	0.154	1.01268	0.07
FG-1067	810 °C	5.935E-15	0.0000148	0.648	0.0004771	0.320	0.0000205	0.485	0.0008560	0.250	0.0043323	0.172	1.01259	0.07
FG-1068	876 °C	6.868E-15	0.0000171	0.626	0.0005439	0.340	0.0000173	0.469	0.0008284	0.212	0.0050130	0.157	1.01272	0.07
FG-1069	938 °C	6.762E-15	0.0000168	0.464	0.0005281	0.302	0.0000114	0.600	0.0005005	0.212	0.0049359	0.153	1.01271	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
0.24	0.02225 ± 0.10699	13.31	10.3 ± 49.3		0.214 ± 0.002	
0.73	0.04307 ± 0.05747	19.46	19.9 ± 26.5		0.236 ± 0.002	
0.49	0.02534 ± 0.04422	20.15	11.7 ± 20.4		0.250 ± 0.002	
0.57	0.02892 ± 0.06826	18.45	13.3 ± 31.5		0.269 ± 0.002	
0.42	0.02545 ± 0.07875	17.85	11.7 ± 36.3		0.228 ± 0.002	
0.33	0.03257 ± 0.09720	10.78	15.0 ± 44.8		0.142 ± 0.001	
weighted mean (5 of 6)			14.1 ± 12.8			



Sample: ROC12-14

Lab #: FG-926-935

J = 0.00046540 ± 0.00000135

D(1)  
Irradiation # 72Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-926	632 °C	2.204E-14	0.0000546	0.487	0.0003374	0.637	0.0000251	0.573	0.0009220	0.224	0.0160899	0.141	1.015245	0.07
FG-927	687 °C	1.742E-14	0.0000423	0.369	0.0004109	0.596	0.0000276	0.418	0.0012219	0.207	0.0127164	0.101	1.01429	0.07
FG-928	747 °C	1.621E-14	0.0000392	0.346	0.0005612	0.549	0.0000322	0.369	0.0015641	0.174	0.0118299	0.094	1.014041	0.07
FG-929	803 °C	1.463E-14	0.0000355	0.435	0.0006309	0.486	0.0000286	0.445	0.0013884	0.114	0.0106805	0.057	1.013706	0.07
FG-930	852 °C	1.328E-14	0.0000322	0.408	0.0006039	0.465	0.0000241	0.617	0.0011758	0.165	0.0096926	0.078	1.01344	0.07
FG-931	907 °C	1.347E-14	0.0000327	0.355	0.0005422	0.489	0.0000229	0.475	0.0010860	0.173	0.0098307	0.061	1.013473	0.07
FG-932	957 °C	1.410E-14	0.0000344	0.434	0.0005241	0.483	0.0000217	0.393	0.0009669	0.195	0.0102893	0.060	1.013605	0.07
FG-934	1054 °C	1.552E-14	0.0000386	0.423	0.0004695	0.525	0.0000161	0.491	0.0005085	0.168	0.0113312	0.062	1.013904	0.07
FG-935	1110 °C	2.470E-14	0.0000609	0.373	0.0007371	0.515	0.0000217	0.473	0.0005829	0.252	0.0180328	0.116	1.015842	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
(ka)						
0.09	0.01544 ± 0.17757	9.79	13.0 ± 149.1		0.410 ± 0.006	
2.00	0.20792 ± 0.07842	12.98	174.6 ± 65.8		0.446 ± 0.006	
2.71	0.20483 ± 0.05320	16.61	172.0 ± 44.7		0.418 ± 0.005	
2.50	0.19269 ± 0.06634	14.74	161.8 ± 55.7		0.330 ± 0.003	
2.48	0.20413 ± 0.06726	12.49	171.4 ± 56.5		0.292 ± 0.003	
2.31	0.20877 ± 0.06419	11.53	175.3 ± 53.9		0.300 ± 0.003	
1.81	0.19231 ± 0.09218	10.27	161.5 ± 77.4		0.277 ± 0.003	
0.30	0.06703 ± 0.19186	5.40	56.3 ± 161.1		0.162 ± 0.002	
0.65	0.20214 ± 0.24173	6.19	169.7 ± 202.9		0.119 ± 0.001	
weighted mean (6 of 9)			170.1 ± 23.1			

Sample: CHE12-15A

Lab #: FG-1050-1056

J = 0.00035610 ± 0.00000320

D(1)  
Irradiation # 79Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± s <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± s <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± s <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± s <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± s <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± s <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-1050	650 °C	1.098E-14	0.0000272	0.457	0.0004811	0.556	0.0000262	0.579	0.0009233	0.107	0.0080145	0.119	1.01326	0.07
FG-1051	706 °C	8.552E-15	0.0000212	0.358	0.0006264	0.494	0.0000301	0.385	0.0011268	0.131	0.0062425	0.121	1.01293	0.07
FG-1052	755 °C	7.223E-15	0.0000179	0.525	0.0006715	0.438	0.0000271	0.471	0.0010817	0.131	0.0052724	0.126	1.01276	0.07
FG-1053	818 °C	6.599E-15	0.0000164	0.494	0.0008103	0.410	0.0000249	0.377	0.0011653	0.157	0.0048171	0.139	1.01268	0.07
FG-1054	889 °C	7.126E-15	0.0000179	0.486	0.0010985	0.351	0.0000257	0.368	0.0012453	0.157	0.0052018	0.120	1.01275	0.07
FG-1055	957 °C	6.069E-15	0.0000152	0.454	0.0008849	0.392	0.0000168	0.499	0.0007432	0.166	0.0044298	0.142	1.01262	0.07
FG-1056	1025 °C	5.728E-15	0.0000144	0.734	0.0007737	0.405	0.0000121	0.466	0.0004630	0.212	0.0041812	0.169	1.01259	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
(ka)						
0.41	0.03533 ± 0.08231	13.68	22.7 ± 52.9		0.288 ± 0.003	
0.77	0.04281 ± 0.04200	16.70	27.5 ± 27.0		0.270 ± 0.003	
0.96	0.04660 ± 0.05293	16.03	29.9 ± 34.0		0.241 ± 0.002	
1.08	0.04472 ± 0.04278	17.27	28.7 ± 27.5		0.216 ± 0.002	
0.73	0.03035 ± 0.04248	18.45	19.5 ± 27.3		0.170 ± 0.001	
0.52	0.03073 ± 0.05767	11.01	19.7 ± 37.0		0.126 ± 0.001	
0.16	0.01452 ± 0.13877	6.86	9.3 ± 89.2		0.090 ± 0.001	
weighted mean (6 of 7)			25.1 ± 12.9			

Sample: CHE12-15B

Lab #: FG-1050-1056

J = 0.00036150 ± 0.00000235

D(1)  
Irradiation # 79Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-1084	650 °C	1.151E-14	0.0000286	0.382	0.0004836	0.358	0.0000278	0.488	0.0009533	0.175	0.0084051	0.107	1.01331	0.07
FG-1085	720 °C	1.019E-14	0.0000253	0.400	0.0007958	0.354	0.0000381	0.382	0.0014485	0.166	0.0074374	0.089	1.01314	0.07
FG-1086	797 °C	9.413E-15	0.0000234	0.425	0.0009974	0.359	0.0000362	0.439	0.0015340	0.114	0.0068711	0.080	1.01304	0.07
FG-1087	870 °C	8.829E-15	0.0000221	0.498	0.0012294	0.323	0.0000329	0.374	0.0015943	0.130	0.0064443	0.098	1.01296	0.07
FG-1088	940 °C	7.838E-15	0.0000196	0.435	0.0011859	0.327	0.0000238	0.360	0.0010890	0.175	0.0057211	0.043	1.01283	0.07
FG-1089	1011 °C	7.073E-15	0.0000178	0.418	0.0009224	0.335	0.0000161	0.511	0.0006456	0.145	0.0051627	0.047	1.01274	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
0.25	0.02225 ± 0.07027	13.13	14.5 ± 45.8		0.296 ± 0.002	
0.77	0.03978 ± 0.04228	19.94	25.9 ± 27.6		0.273 ± 0.002	
0.85	0.03822 ± 0.03903	21.12	24.9 ± 25.5		0.231 ± 0.002	
0.89	0.03619 ± 0.04155	21.95	23.6 ± 27.1		0.194 ± 0.001	
0.89	0.04687 ± 0.04661	14.99	30.6 ± 30.4		0.138 ± 0.001	
0.35	0.02785 ± 0.06854	8.88	18.2 ± 44.7		0.105 ± 0.001	
weighted mean (6 of 6)			24.5 ± 12.6			

Sample: PAL12-16

Lab #: FG-1070-1076

J = 0.00025650 ± 0.00000205

D(1)  
Irradiation # 80Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-1070	652 °C	3.510E-15	0.0000087	0.650	0.0002336	0.407	0.0000143	0.536	0.0005547	0.123	0.0025620	0.251	1.01226	0.07
FG-1071	707 °C	2.928E-15	0.0000072	0.653	0.0002811	0.337	0.0000181	0.531	0.0007678	0.184	0.0021375	0.284	1.01218	0.07
FG-1072	757 °C	2.650E-15	0.0000065	1.111	0.0002773	0.366	0.0000162	0.670	0.0007406	0.184	0.0019344	0.316	1.01215	0.07
FG-1073	811 °C	2.543E-15	0.0000062	0.705	0.0002961	0.392	0.0000127	0.482	0.0006514	0.184	0.0018565	0.306	1.01214	0.07
FG-1074	877 °C	2.801E-15	0.0000069	0.802	0.0003724	0.348	0.0000110	0.750	0.0005895	0.148	0.0020443	0.281	1.01217	0.07
FG-1075	944 °C	2.771E-15	0.0000069	0.776	0.0004118	0.326	0.0000076	0.574	0.0003708	0.270	0.0020223	0.297	1.01217	0.07
FG-1076	1017 °C	3.771E-15	0.0000093	0.557	0.0004632	0.336	0.0000071	0.909	0.0002769	0.316	0.0027525	0.218	1.01231	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>B</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
1.19	0.05504 ± 0.06429	14.04	25.5 ± 29.7		0.356 ± 0.003	
2.44	0.06790 ± 0.03933	19.43	31.4 ± 18.2		0.410 ± 0.003	
2.25	0.05879 ± 0.05996	18.74	27.2 ± 27.7		0.400 ± 0.003	
2.55	0.07262 ± 0.04351	16.49	33.6 ± 20.1		0.330 ± 0.003	
2.71	0.09388 ± 0.05859	14.92	43.4 ± 27.1		0.237 ± 0.002	
1.90	0.10360 ± 0.09098	9.38	47.9 ± 42.1		0.135 ± 0.001	
2.18	0.21677 ± 0.11878	7.00	100.3 ± 55.0		0.090 ± 0.001	
weighted mean (6 of 7)			33.3 ± 10.1			

Sample: PAL12-17		Lab #: FG-1028-1035			J = 0.00035700 ± 0.00000193			D(1) Irradiation # 79		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS				
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-1028	656 °C	1.701E-15	0.0000042	1.032	0.0001546	7.101	0.0000075	1.121	0.0002544	0.377	0.0012417	0.459	1.011102	0.08
FG-1029	724 °C	2.029E-15	0.0000050	1.094	0.0002967	3.695	0.0000133	0.564	0.0004013	0.205	0.0014807	0.311	1.011247	0.08
FG-1030	786 °C	3.027E-15	0.0000075	0.757	0.0005727	1.924	0.0000254	0.321	0.0009371	0.228	0.0022091	0.230	1.011436	0.08
FG-1031	846 °C	3.385E-15	0.0000084	0.717	0.0007221	1.571	0.0000309	0.515	0.0014016	0.172	0.0024707	0.246	1.011518	0.08
FG-1033	965 °C	2.803E-15	0.0000070	0.975	0.0006622	1.721	0.0000163	0.694	0.0009917	0.185	0.0020457	0.234	1.011418	0.08
FG-1034	1025 °C	2.132E-15	0.0000055	1.149	0.0004051	2.784	0.0000091	1.009	0.0005417	0.257	0.0015559	0.357	1.011285	0.08
FG-1035	1080 °C	1.804E-15	0.0000045	1.114	0.0001299	8.424	0.0000045	1.201	0.0002186	0.537	0.0013170	0.370	1.011231	0.08

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
0.74	0.03615 ± 0.11128	5.36	23.3 ± 71.7		0.247 ± 0.035	
2.16	0.07960 ± 0.08428	8.45	51.3 ± 54.3		0.203 ± 0.015	
1.91	0.04511 ± 0.03775	19.74	29.1 ± 24.3		0.245 ± 0.010	
2.88	0.05077 ± 0.02689	29.53	32.7 ± 17.3		0.291 ± 0.009	
2.92	0.06030 ± 0.04174	20.89	38.8 ± 26.9		0.225 ± 0.008	
1.93	0.05544 ± 0.07235	11.41	35.7 ± 46.6		0.200 ± 0.011	
0.48	0.02892 ± 0.14396	4.61	18.6 ± 92.7		0.252 ± 0.043	
weighted mean (5 of 7)			33.7 ± 12.0			

Sample: VES12-18A		Lab #: FG-1057-1063			J = 0.00024580 ± 0.00000118			D(1) Irradiation # 80		Mass discrimination per AMU based on power law reactor OSIRIS				
Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-1057	650 °C	2.813E-15	0.0000070	0.807	0.0004033	0.378	0.0000159	0.511	0.0004634	0.203	0.0020532	0.312	1.01218	0.07
FG-1058	706 °C	3.092E-15	0.0000077	0.720	0.0005905	0.304	0.0000233	0.619	0.0007899	0.222	0.0022573	0.289	1.01222	0.07
FG-1059	757 °C	2.900E-15	0.0000072	0.599	0.0005821	0.313	0.0000219	0.591	0.0010012	0.184	0.0021165	0.294	1.01219	0.07
FG-1060	810 °C	2.351E-15	0.0000058	0.910	0.0004560	0.334	0.0000143	0.561	0.0007939	0.175	0.0017161	0.358	1.01213	0.07
FG-1061	876 °C	3.380E-15	0.0000085	0.767	0.0006585	0.313	0.0000161	0.369	0.0009336	0.157	0.0024674	0.256	1.01226	0.07
FG-1062	938 °C	3.386E-15	0.0000085	0.624	0.0005373	0.329	0.0000106	0.566	0.0005580	0.184	0.0024715	0.262	1.01227	0.07
FG-1063	1017 °C	3.676E-15	0.0000091	0.450	0.0003698	0.393	0.0000061	0.916	0.0002325	0.243	0.0026831	0.239	1.01232	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoenner et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age (ka)	± 2s	K/Ca	± 2s
1.92	0.08512 ± 0.07691	9.71	37.7 ± 34.1		0.172 ± 0.001	
2.22	0.06335 ± 0.04467	16.55	28.1 ± 19.8		0.201 ± 0.002	
2.50	0.05278 ± 0.02838	20.98	23.4 ± 12.6		0.258 ± 0.002	
2.92	0.06316 ± 0.04231	16.64	28.0 ± 18.8		0.261 ± 0.002	
1.65	0.04366 ± 0.04327	19.56	19.4 ± 19.2		0.213 ± 0.001	
1.32	0.05843 ± 0.06057	11.69	25.9 ± 26.9		0.156 ± 0.001	
0.98	0.11339 ± 0.11819	4.87	50.3 ± 52.4		0.094 ± 0.001	
weighted mean (7 of 7)			25.7 ± 7.7			

Sample: VES12-18B

Lab #: FG-1077-1083

 $J = 0.00025510 \pm 0.00000217$ D(1)  
Irradiation # 80Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-1077	660 °C	3.464E-15	0.0000087	0.725	0.0005034	0.314	0.0000194	0.406	0.0005990	0.212	0.0025281	0.245	1.01225	0.07
FG-1078	707 °C	2.891E-15	0.0000072	0.626	0.0005572	0.400	0.0000218	0.331	0.0007860	0.157	0.0021105	0.363	1.01218	0.07
FG-1079	758 °C	2.720E-15	0.0000067	0.720	0.0005363	0.343	0.0000200	0.263	0.0009478	0.166	0.0019852	0.307	1.01216	0.07
FG-1080	811 °C	2.172E-15	0.0000053	1.045	0.0004130	0.361	0.0000122	0.560	0.0006973	0.139	0.0015856	0.365	1.01209	0.07
FG-1081	878 °C	2.765E-15	0.0000069	0.597	0.0005647	0.319	0.0000132	0.596	0.0007623	0.212	0.0020184	0.299	1.01217	0.07
FG-1082	946 °C	3.281E-15	0.0000082	0.671	0.0005316	0.338	0.0000102	0.577	0.0005274	0.222	0.0023949	0.270	1.01224	0.07
FG-1083	1020 °C	3.726E-15	0.0000094	0.507	0.0003532	0.468	0.0000053	1.197	0.0002028	0.320	0.0027195	0.236	1.012	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
0.73	0.03093 ± 0.06553	13.24	14.2 ± 30.2		0.178 ± 0.001	
1.63	0.04390 ± 0.03928	17.38	20.2 ± 18.1		0.211 ± 0.002	
2.96	0.06200 ± 0.03284	20.96	28.5 ± 15.1		0.265 ± 0.002	
3.25	0.07397 ± 0.05019	15.42	34.0 ± 23.1		0.253 ± 0.002	
2.50	0.06632 ± 0.03555	16.86	30.5 ± 16.4		0.202 ± 0.002	
1.38	0.06270 ± 0.06642	11.66	28.9 ± 30.6		0.149 ± 0.001	
0.65	0.08714 ± 0.15285	4.48	40.1 ± 70.3		0.086 ± 0.001	
weighted mean (6 of 7)			27.0 ± 8.1			

Sample: CHAM12-19

Lab #: FG-989-998

 $J = 0.00035960 \pm 0.00000183$ D(1)  
Irradiation # 74Mass discrimination per AMU based on power law  
reactor OSIRIS

Lab file	Temp	<sup>40</sup> Ar	<sup>36</sup> Ar	± 5 <sub>36</sub>	<sup>37</sup> Ar	± 5 <sub>37</sub>	<sup>38</sup> Ar	± 5 <sub>38</sub>	<sup>39</sup> Ar	± 5 <sub>39</sub>	<sup>40</sup> Ar	± 5 <sub>40</sub>	D <sup>(1)</sup>	± 5 <sub>D</sub>
#	°C	(moles)	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s	(V)	%1s		%1s
FG-989	642 °C	1.881E-15	0.0000049	1.248	0.0002415	2.112	0.0000114	0.665	0.0003315	0.622	0.0013730	0.902	1.011056	0.07
FG-990	696 °C	1.810E-15	0.0000048	1.420	0.0003923	1.412	0.0000191	0.611	0.0005109	0.433	0.0013214	0.912	1.011047	0.07
FG-991	750 °C	2.736E-15	0.0000071	1.032	0.0008866	0.744	0.0000448	0.492	0.0012614	0.219	0.0019973	0.597	1.011245	0.07
FG-992	814 °C	2.667E-15	0.0000068	0.906	0.0009780	0.709	0.0000483	0.447	0.0016590	0.201	0.0019470	0.624	1.011243	0.07
FG-994	868 °C	2.698E-15	0.0000067	1.069	0.0008498	0.728	0.0000341	0.635	0.0015230	0.191	0.0019694	0.608	1.011258	0.07
FG-995	924 °C	2.680E-15	0.0000068	0.921	0.0008701	0.737	0.0000225	0.615	0.0013143	0.224	0.0019562	0.601	1.011261	0.07
FG-996	986 °C	2.835E-15	0.0000073	0.998	0.0011140	0.664	0.0000199	0.722	0.0012054	0.219	0.0020695	0.557	1.011295	0.07
FG-997	1045 °C	1.972E-15	0.0000051	1.200	0.0006557	0.935	0.0000086	0.721	0.0004906	0.419	0.0014397	0.831	1.011114	0.07
FG-998	1110 °C	2.101E-15	0.0000055	1.262	0.0004711	1.170	0.0000048	0.870	0.0002134	0.778	0.0015339	0.760	1.011136	0.07

Atmospheric argon ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	295.5 ± 0.0	Steiger & Jäger (1977)
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>36</sup> Ar) <sub>A</sub>	0.1869 ± 0.0001	Nier (1950)

Interfering isotope production ratios		
( <sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(1.048 ± 0.071) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>38</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar) <sub>K</sub>	(7.022 ± 3.408) 10 <sup>-3</sup>	2014 lab data
( <sup>39</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(8.474 ± 0.646) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data
( <sup>36</sup> Ar/ <sup>37</sup> Ar) <sub>Ca</sub>	(3.765 ± 0.025) 10 <sup>-4</sup>	2014 lab data

Decay constants		
<sup>40</sup> K λ <sub>Ar</sub>	(5.808 ± 0.004)10 <sup>-11</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>40</sup> K λ <sub>Ca</sub>	(4.962 ± 0.009)10 <sup>-10</sup> a <sup>-1</sup>	Steiger & Jäger (1977)
<sup>39</sup> Ar	(2.58 ± 0.03)10 <sup>-3</sup> a <sup>-1</sup>	Stoennen et al. (1965)
<sup>37</sup> Ar	(5.4300 ± 0.0063)10 <sup>-2</sup> a <sup>-1</sup>	Renne & Norman (2001)
<sup>36</sup> Cl λ <sub>β</sub>	(2.35 ± 0.02)10 <sup>-6</sup> a <sup>-1</sup>	Endt (1998)

% <sup>40</sup> Ar*	<sup>40</sup> Ar*/ <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub> ± 2s	% <sup>39</sup> Ar <sub>K</sub>	Age	± 2s	K/Ca	± 2s
			(ka)			
3.65	0.15133 ± 0.13247	3.90	98.2 ± 85.9		0.206 ± 0.009	
4.90	0.12678 ± 0.09256	6.00	82.2 ± 60.0		0.195 ± 0.006	
0.58	0.00920 ± 0.03907	14.82	6.0 ± 25.3		0.213 ± 0.003	
1.98	0.02330 ± 0.02650	19.50	15.1 ± 17.2		0.254 ± 0.004	
3.58	0.04626 ± 0.03213	17.90	30.0 ± 20.8		0.269 ± 0.004	
1.90	0.02829 ± 0.03348	15.45	18.4 ± 21.7		0.226 ± 0.003	
2.09	0.03596 ± 0.04051	14.16	23.3 ± 26.3		0.162 ± 0.002	
0.58	0.01691 ± 0.08846	5.76	11.0 ± 57.4		0.112 ± 0.002	
1.70	0.12222 ± 0.22031	2.50	79.3 ± 142.9		0.068 ± 0.002	
weighted mean (6 of 9)			18.5 ± 9.5			

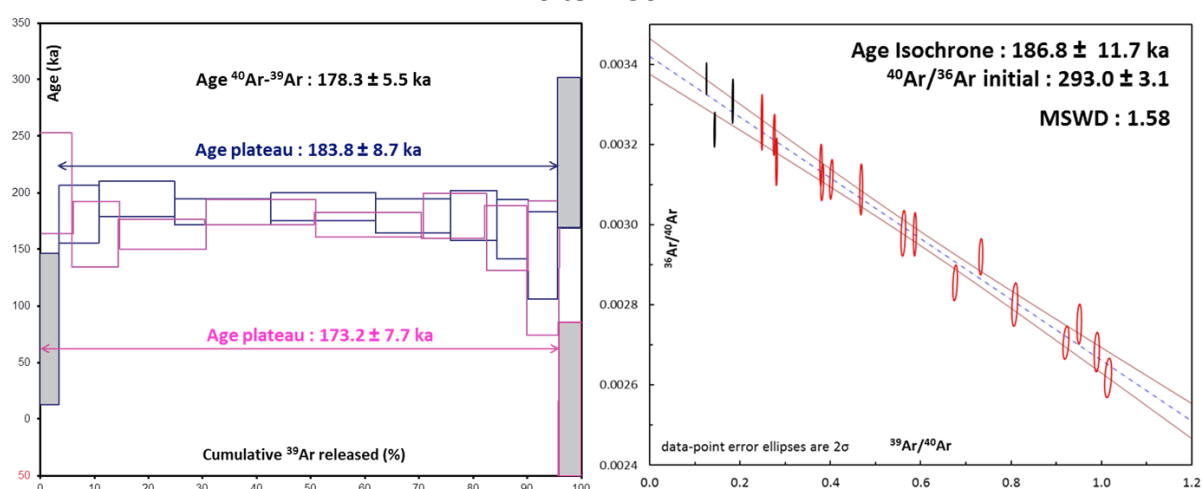


## Annexe 5 : Spectres d'âge et Isochrones

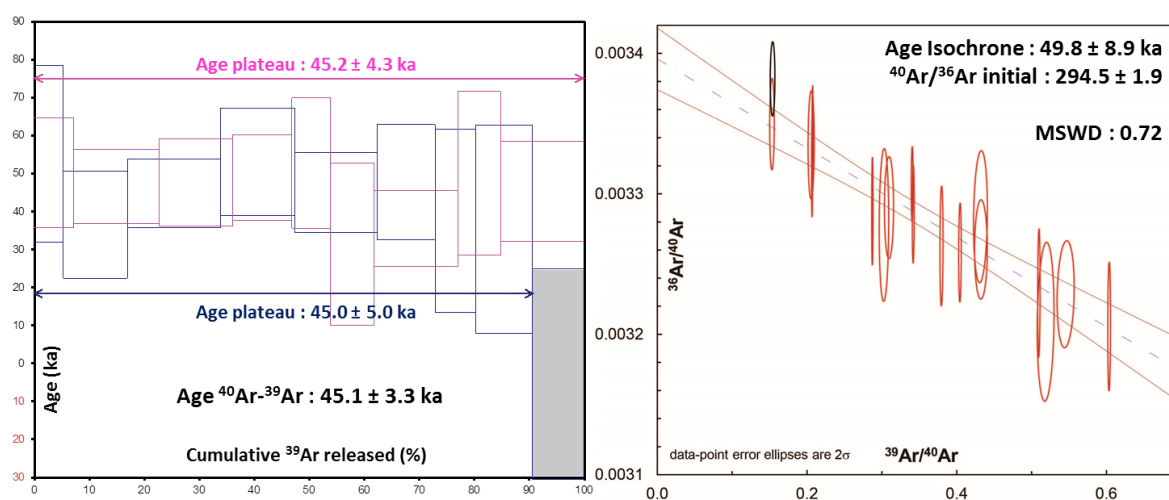
Dans les graphiques ci-dessous, les plateaux grisés ne sont pas pris en compte dans le calcul de l'âge plateau. De même les ellipses à contours noirs ne sont pas prises en compte dans le calcul de l'âge isochrone et dans celui de la valeur  $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$  initial.

### Iles canaries

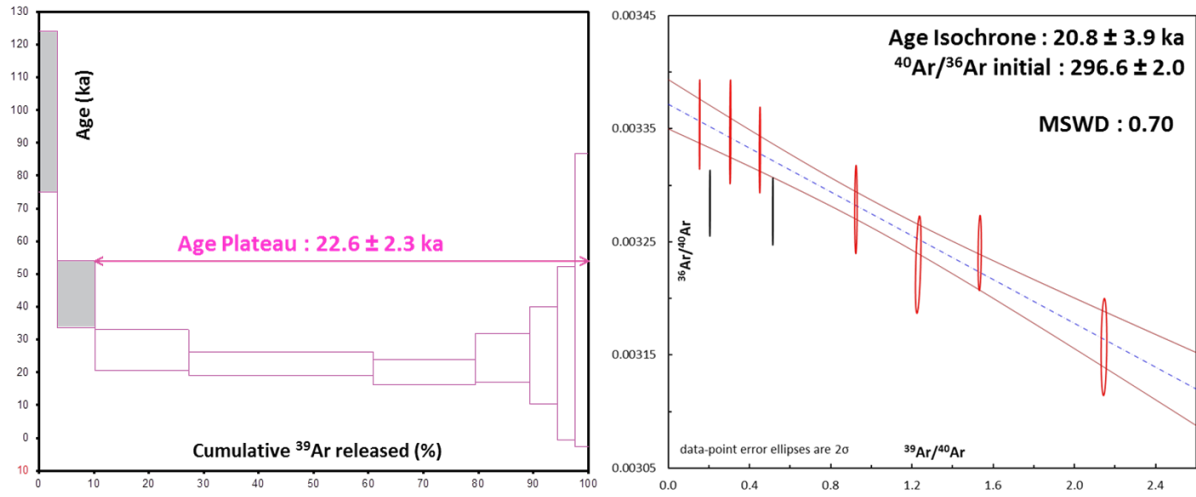
Site TT56



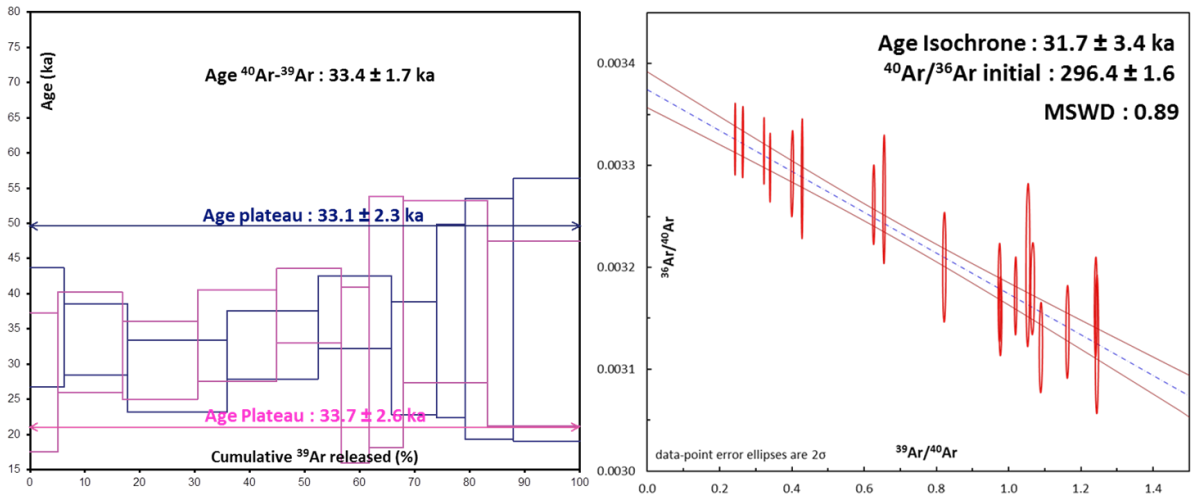
Site LPR02



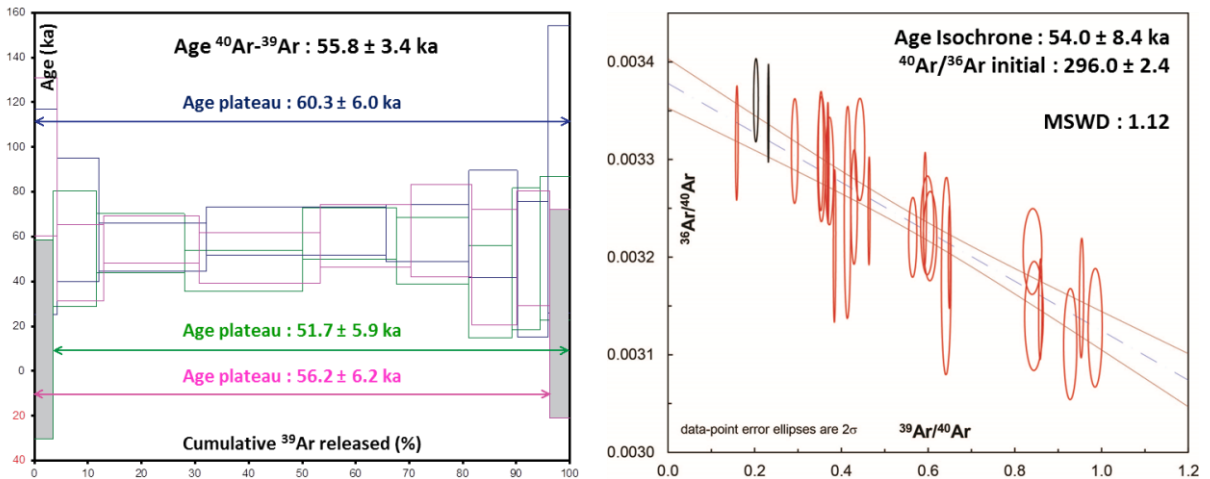
### Site LPR03



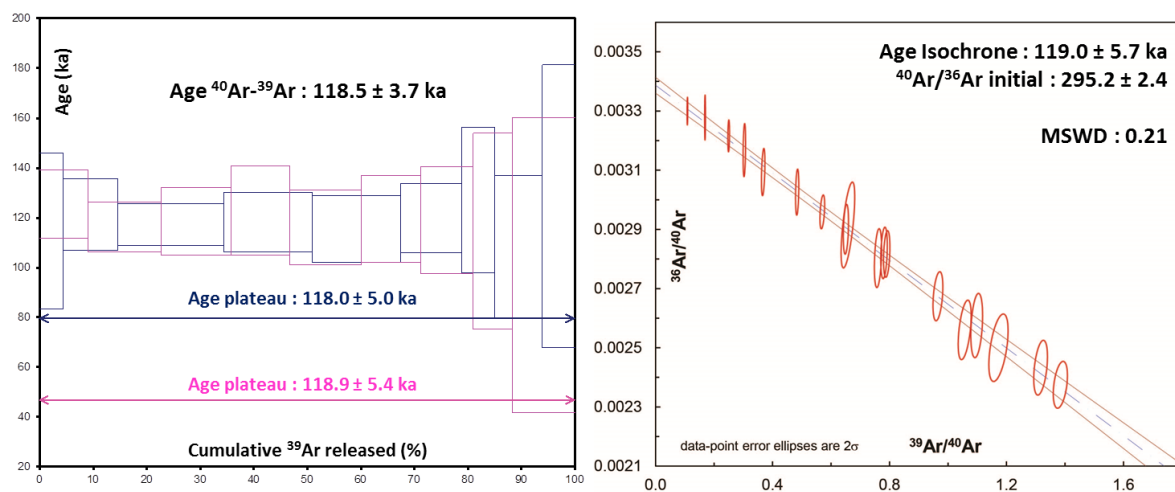
### Site LPR04



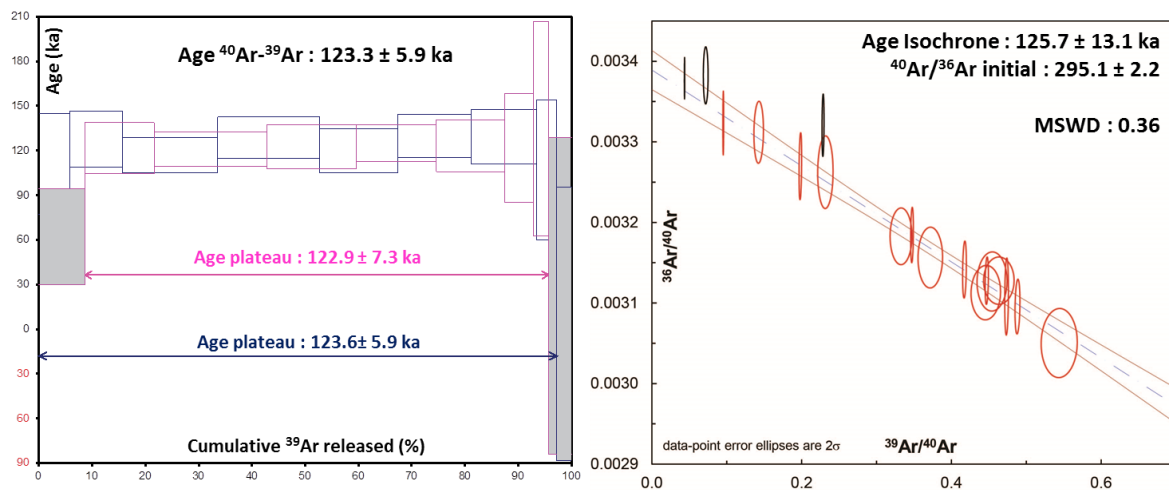
### Site LPR05



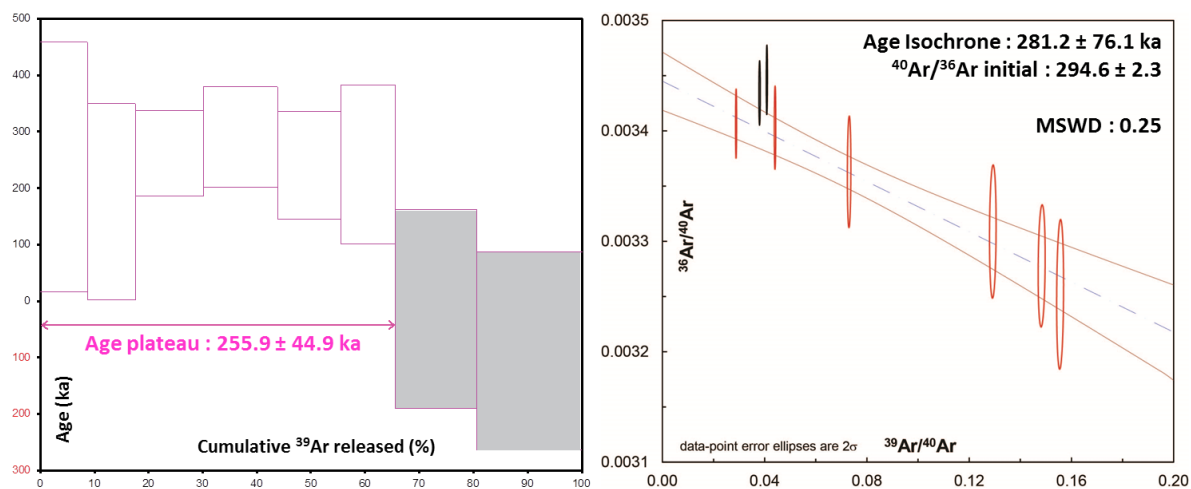
### Site LPR06



### Site LPR08

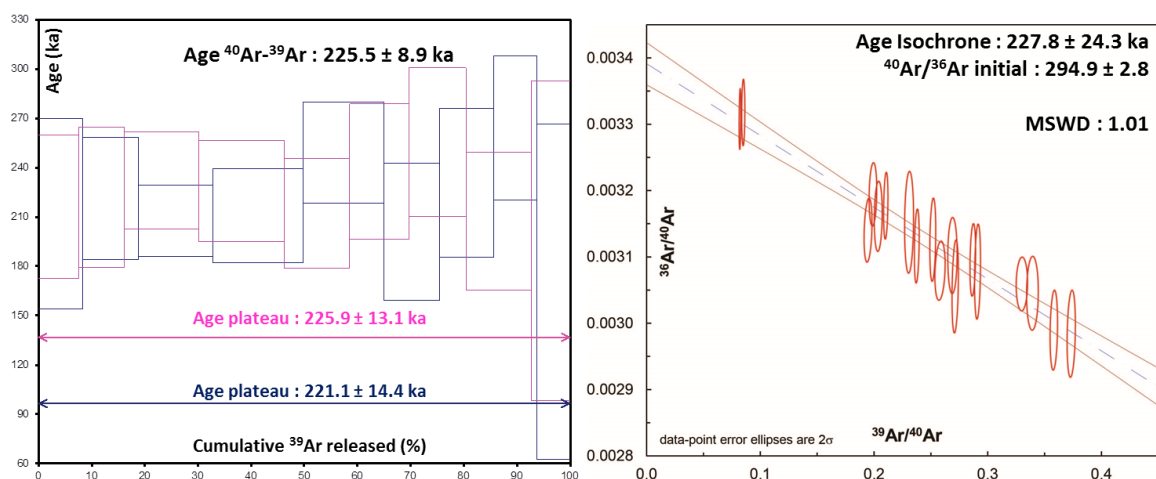


### Site RGC01

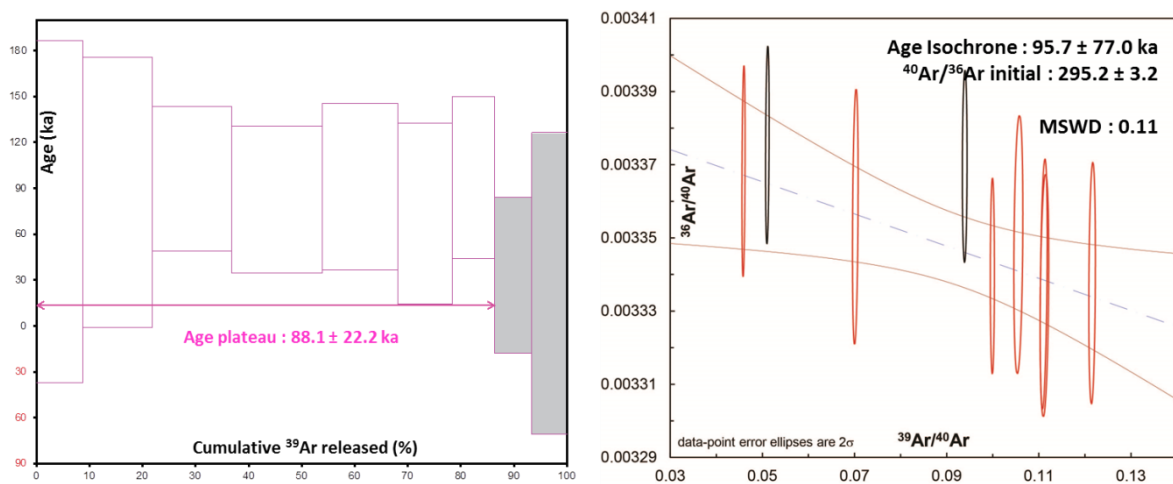




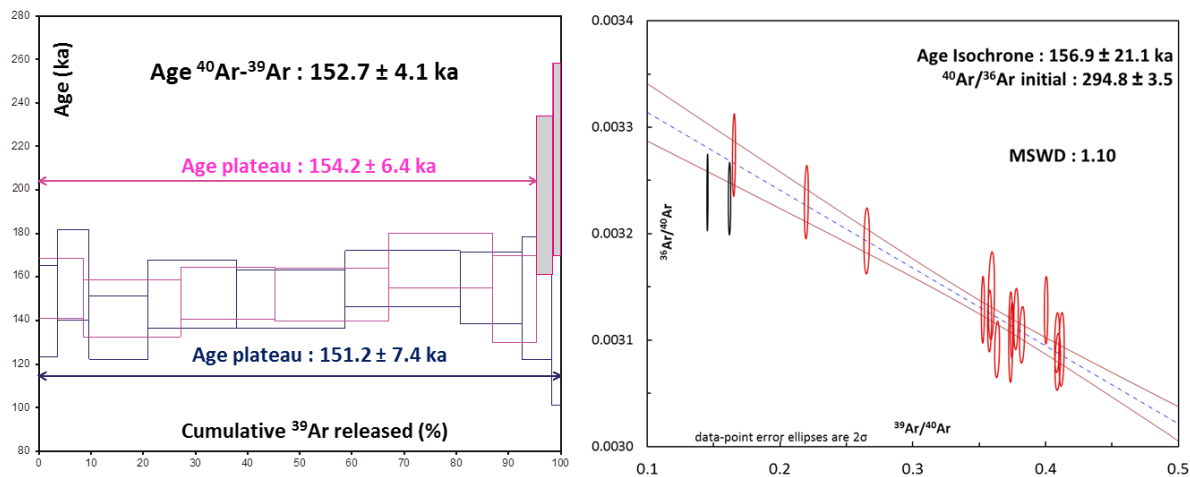
## Site RGC02



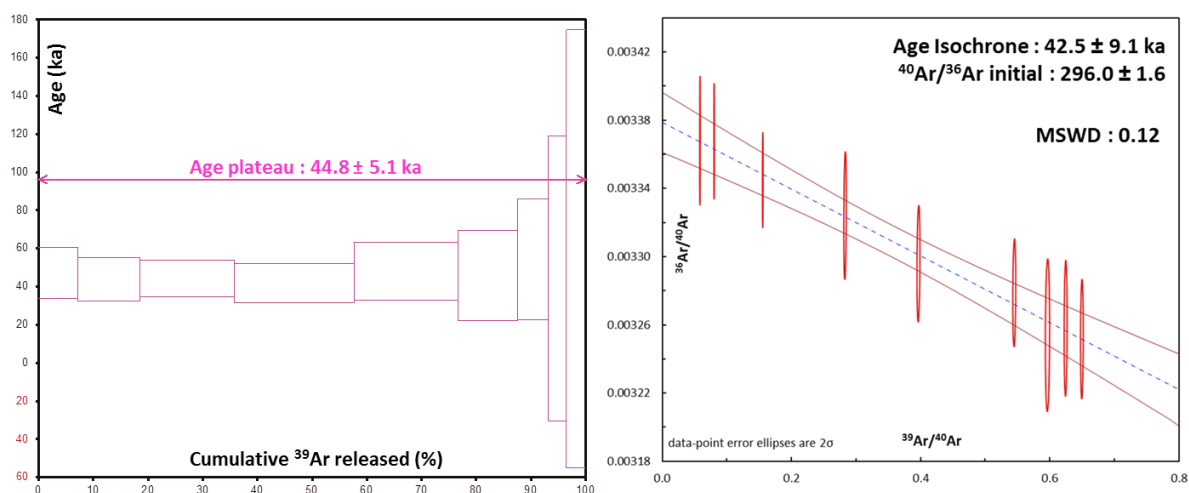
## Site RGC03



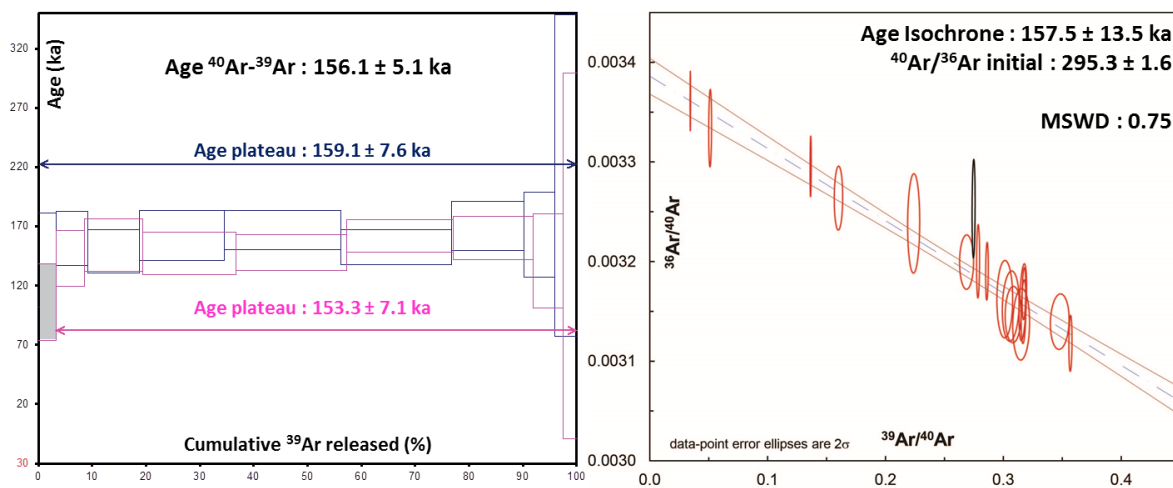
## Site RGC04



## Site RGC07

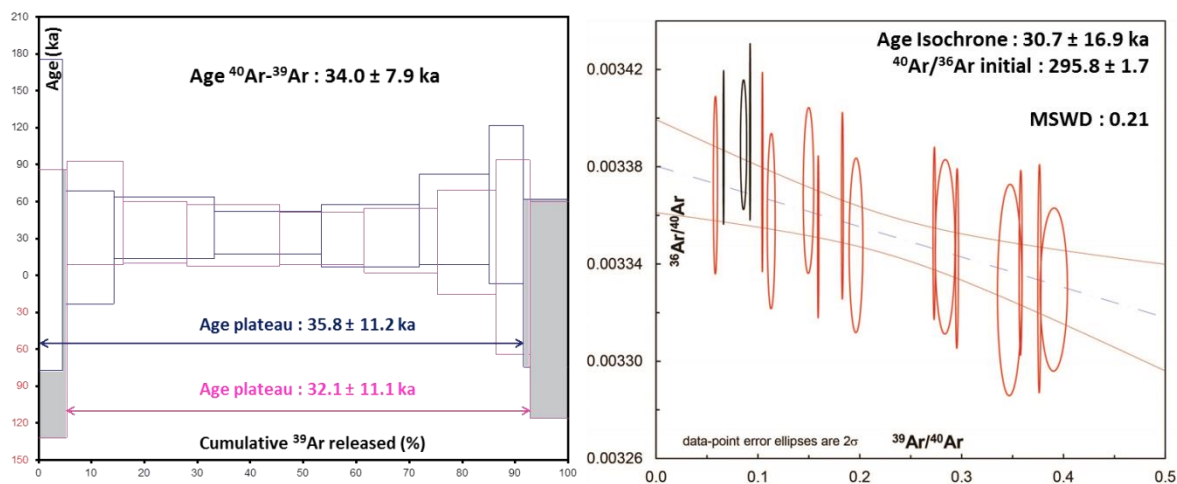


## Site RGC08

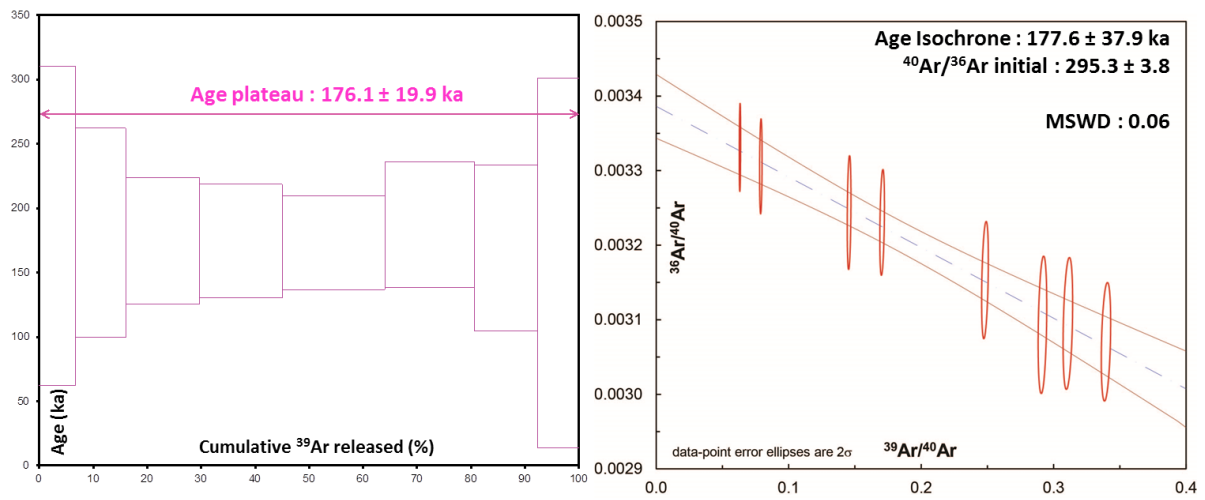


## Ardèche

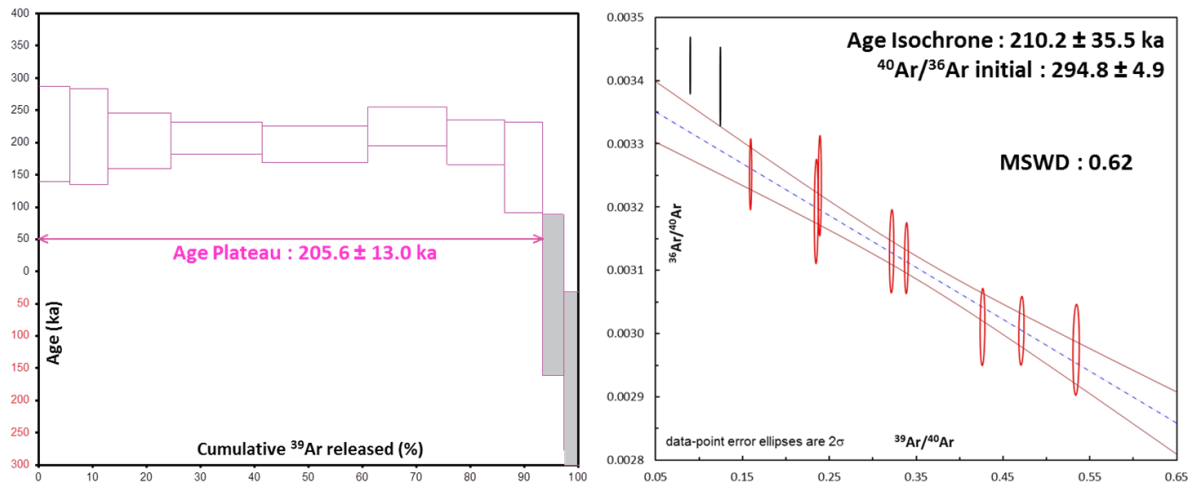
### Site BUR12-02



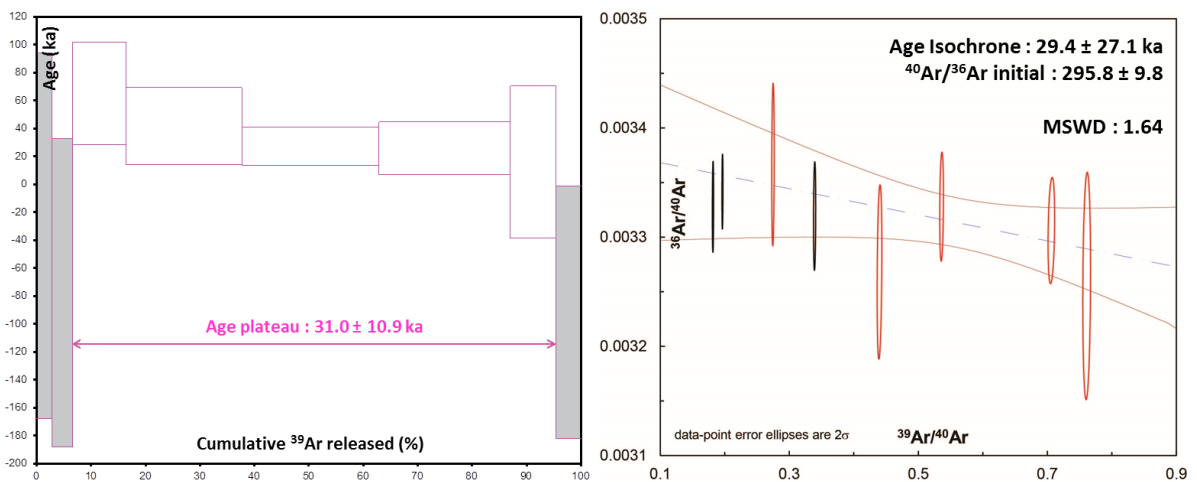
### Site BOR12-03



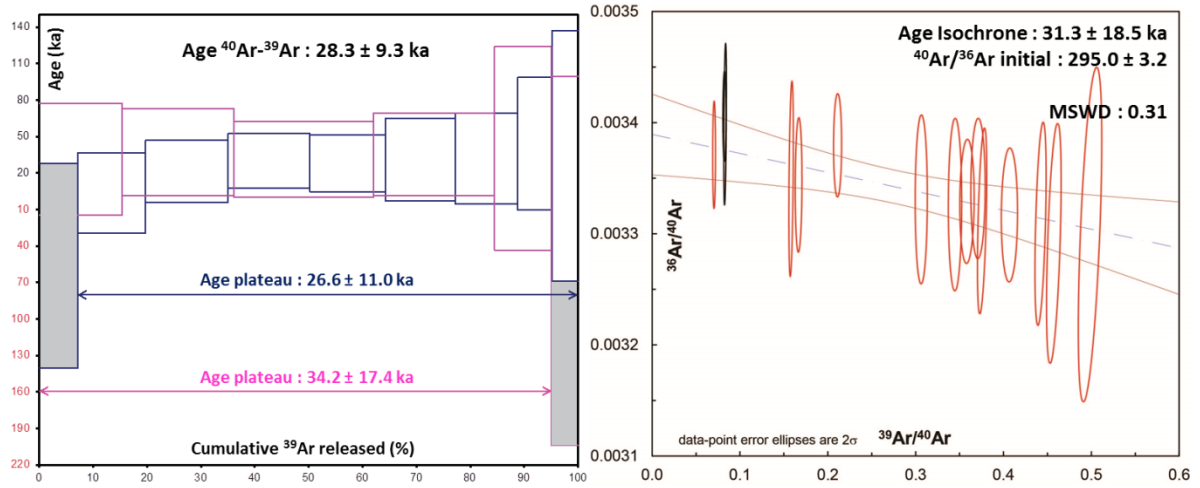
### Site BOR12-04



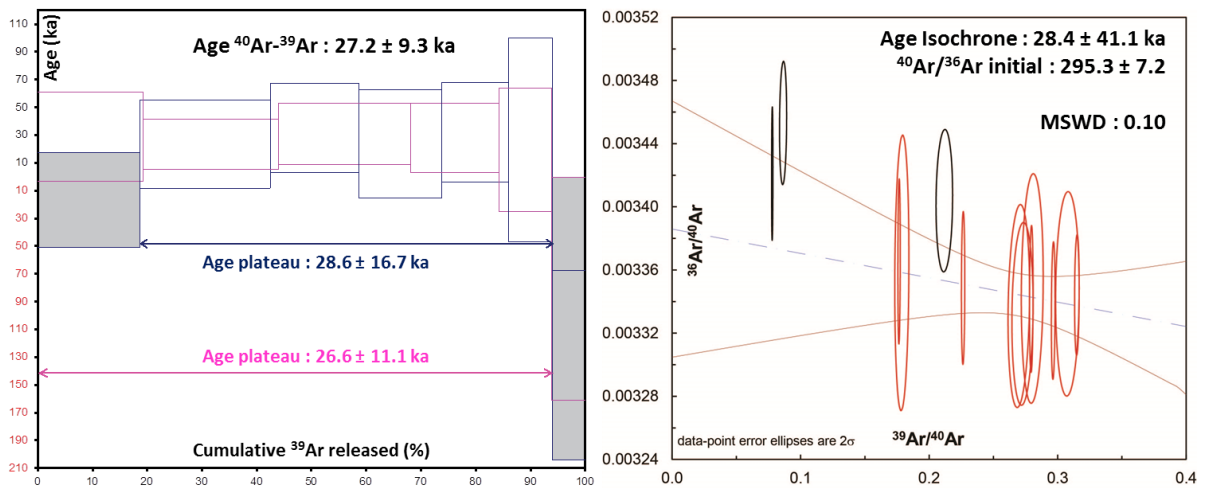
### Site PIC12-08



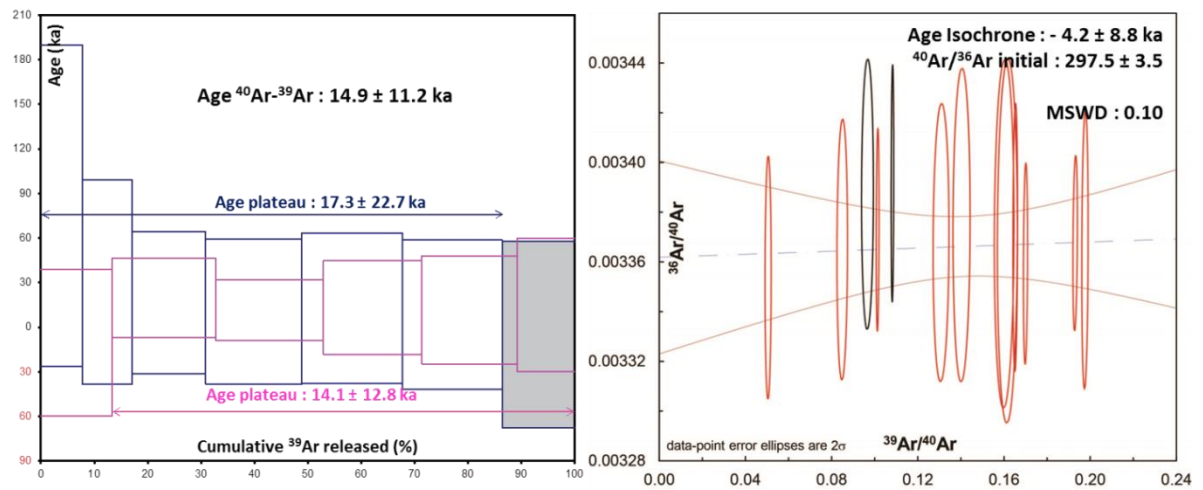
### Site AI212-09



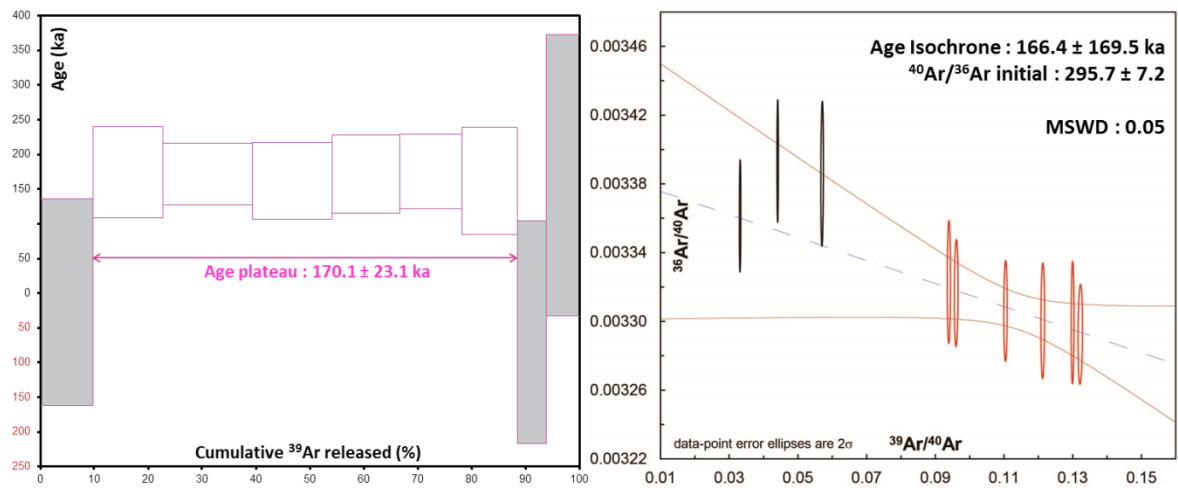
### Site JAU12-10



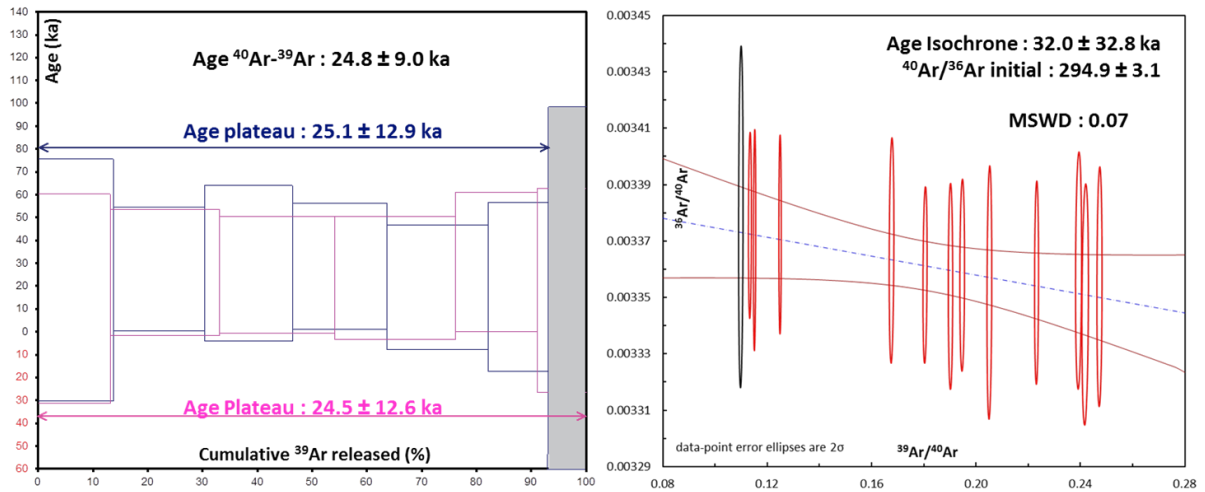
### Site SOU12-11



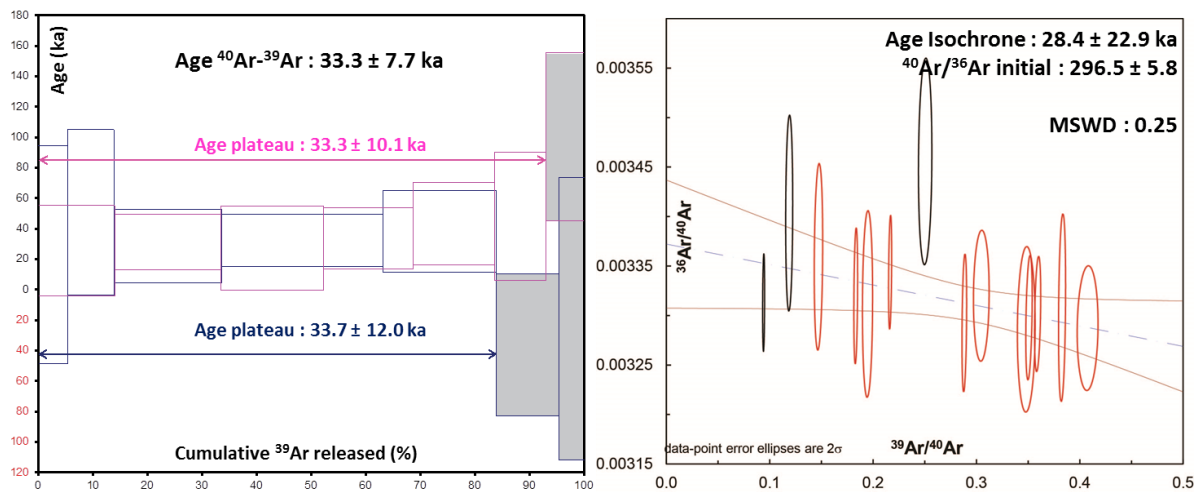
### Site ROC12-14



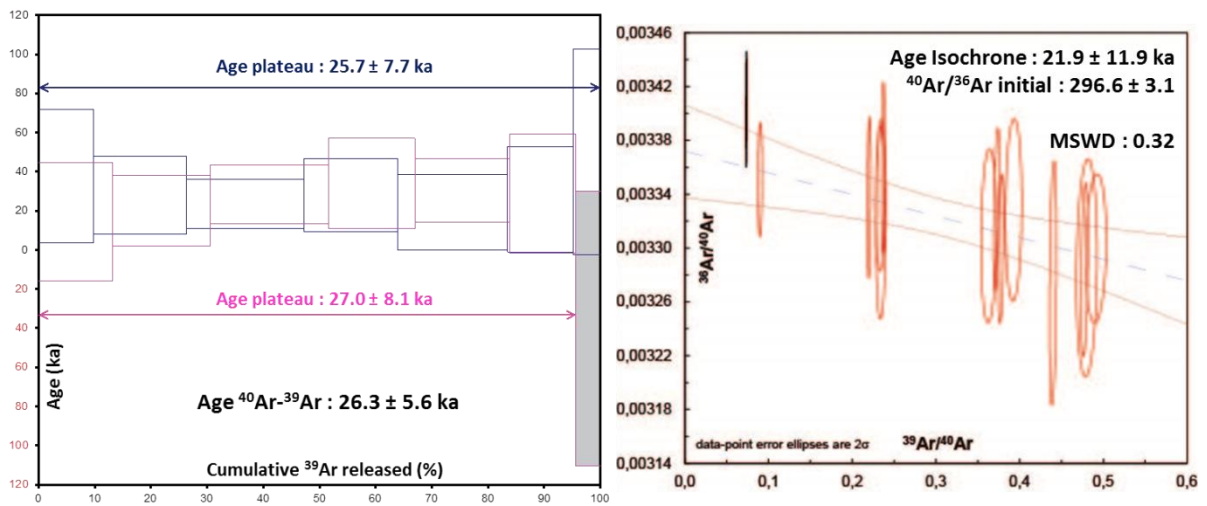
### Site CHE12-15



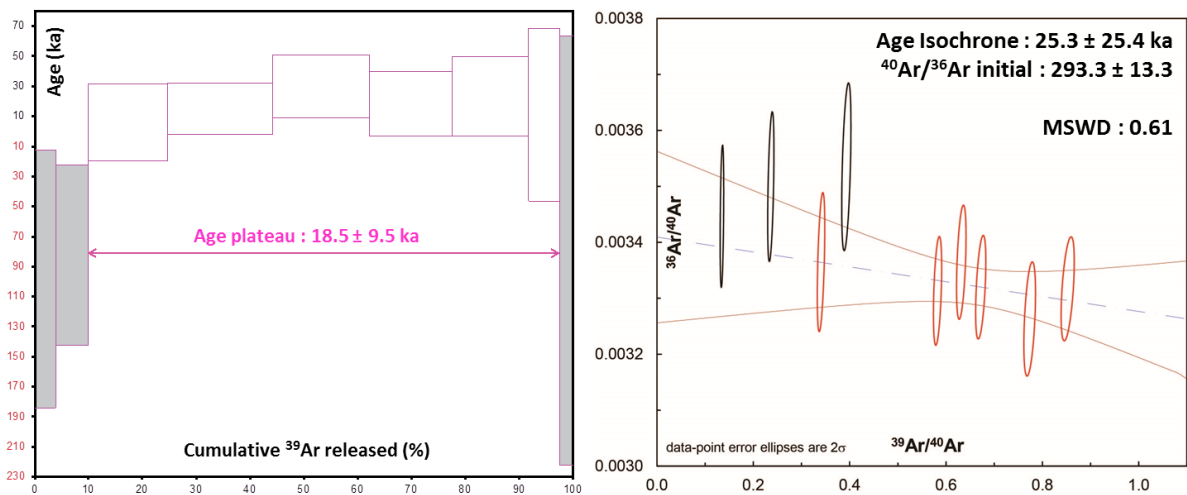
### Site PAL12-16-17



## Site VES12-18



## Site CHAM12-19





## Annexe 6 : Données diagrammes d'Hystérésis

### Iles Canaries

Site	Hc (mT)	Mr (nAm <sup>2</sup> )	Ms (nAm <sup>2</sup> )	S.C. (nAm <sup>2</sup> T <sup>-1</sup> )	Fréq (Hz)	Q	Hcr (mT)	Mr (nAm <sup>2</sup> )	Mr/Ms	Hcr/Hc
TT56-01	6,0	959,0	6157,0	-1,1	551,0	26,4	11,8	1021,0	0,16	1,97
TT56-02	9,7	1106,0	4503,0	-815,0	559,6	25,5	18,0	1140,0	0,25	1,86
TT56-07	9,5	1123,0	6271,0	-921,0	554,6	26,2	27,6	1098,0	0,18	2,90
TT56-10	4,3	771,0	7020,0	-1,3	527,3	20,7	11,3	769,0	0,11	2,66
TT57-01	29,9	503,7	2122,0	-189,5	638,8	28,1	55,8	511,2	0,24	1,87
TT57-01 (bis)	30,2	482,8	2133,0	-188,1	642,3	27,8	57,6	478,7	0,23	1,91
TT57-02	20,6	1530,0	9875,0	-0,9	526,5	25,8	49,1	1508,0	0,15	2,38
TT57-05	17,9	942,5	4490,0	-356,0	618,1	28,1	41,9	943,7	0,21	2,34
TT57-08	30,9	405,8	1780,0	-177,5	637,3	28,3	61,2	405,5	0,23	1,98
TT57-08 (bis)	30,6	384,3	1714,0	-167,2	640,5	28,9	61,3	382,5	0,22	2,00
TT57-08 (ter)	31,8	1660,0	7620,0	-0,9	528,2	26,4	61,6	1625,0	0,22	1,94
TT57-11	17,8	1390,0	8190,0	-0,7	554,0	25,0	50,9	1350,0	0,17	2,86
LPR01-03	12,1	1796,0	8500,0	-1,3	545,6	26,4	26,8	1806,0	0,21	2,21
LPR01-05	4,0	629,0	4770,0	-1,0	534,0	16,0	10,9	708,0	0,13	2,75
LPR01-08	3,8	273,0	2150,0	-0,4	587,7	23,9	11,0	302,0	0,13	2,90
LPR03-02	9,3	141,0	1340,0	-0,2	486,3	23,2	31,0	145,0	0,11	3,35
LPR03-03	7,0	423,0	6250,0	-0,4	535,0	25,8	24,7	441,0	0,07	3,53
LPR03-03 (bis)	11,7	434,0	3040,0	-0,4	506,0	25,4	30,6	432,0	0,14	2,62
LPR03-06	16,5	1293,0	7130,0	-442,0	521,0	24,0	39,3	1227,0	0,18	2,38
LPR03-08	22,7	762,0	3870,0	-310,0	561,0	25,2	48,5	740,0	0,20	2,14
LPR04-02	6,5	549,0	6250,0	653,0	496,0	20,0	21,7	530,0	0,09	3,32
LPR04-05	4,2	155,0	2810,0	-193,0	560,0	23,2	17,5	155,0	0,06	4,16
LPR04-07	6,5	256,0	3770,0	-403,0	513,0	25,0	25,6	254,0	0,07	3,97
LPR05-10	19,9	2427,0	14070	-1058	490,7	29,39	41,6	2453,0	0,17	2,09
LPR06-02	3,0	650,7	6183,0	-1189,0	494,2	29,5	9,5	830,2	0,11	3,21
LPR06-04	9,0	2612,0	20530	-1686	471,6	26,7	21,7	2713,0	0,13	2,40
LPR06-08	3,36	1334,0	11290	-2163	451,7	23,0	9,0	1679,0	0,12	2,69
LPR08-01	11,4	2261,0	18430	-783	497,4	25,7	27,0	2391,0	0,12	2,37
LPR08-03	13,0	1421,0	10470	-682,4	505,2	28,2	31,0	1448,0	0,14	2,39
LPR08-07	4,7	935,6	8804,0	-904,8	513,6	29,2	12,8	1039,0	0,11	2,71
LPR09-01	7,8	192,5	1017,0	-1078,0	492,9	26,3	24,5	210,0	0,19	3,13
LPR09-03	8,9	473,7	2314,0	-1361,0	492,4	21,2	24,1	518,3	0,20	2,69
RGC01-02	12,9	2544,0	13880	-1497	483,7	26,8	35,7	2491,0	0,18	2,77
RGC01-09	13,9	3952,0	21560	-982	473,5	21,1	35,5	3804,0	0,18	2,56
RGC03-01	16,9	3738,0	16380	-1490	487,6	22,6	34,6	3725,0	0,23	2,05
RGC03-05	5,0	680,8	4757,0	-1267,0	499,4	21,2	16,2	708,0	0,14	3,22
RGC04-02	7,3	1002,0	1151,0	-510,4	486,5	25,8	22,5	1009,0	0,87	3,09
RGC04-12	7,0	660,6	7643,0	-366,9	493,8	26,2	21,4	659,7	0,09	3,04
RGC07-02	17,8	44,0	119,3	-513,4	513,1	22,3	27,8	46,1	0,37	1,57
RGC07-06	9,6	37,1	199,3	-874,7	485,2	25,2	25,9	40,7	0,19	2,69
RGC08-01	13,7	101,5	426,2	-90,9	536,0	25,1	39,1	104,4	0,24	2,85
RGC08-13	14,7	1043,0	7657,0	-566,0	504,7	25,5	38,3	1061,0	0,14	2,60
RGC09-02	14,7	934,8	3157,0	-939,3	511,1	23,1	27,5	981,5	0,30	1,87
RGC09-07	11,0	186,9	786,3	-964,6	485,4	25,6	19,3	208,1	0,24	1,76
RGC10-02	15,7	3324,0	18260	-993,3	491,5	25,6	38,4	3315,0	0,18	2,44



## Ardèche

Site	Hc (mT)	Mr (nAm <sup>2</sup> )	Ms (nAm <sup>2</sup> )	S.C. (nAm <sup>2</sup> T <sup>-1</sup> )	Fréq (Hz)	Q	Hcr (mT)	Mr (nAm <sup>2</sup> )	Mr/Ms	Hcr/Hc
BUR12-01	4,8	173,4	1559,0	-257,8	629,5	24,4	15,2	187,5	0,11	3,13
BOR12-03	4,8	180,8	1707,0	-190,8	647,5	27,7	12,9	192,5	0,11	2,69
BOR12-03 (bis)	4,8	181,2	1691,0	-176,6	639,1	27,4	12,9	192,8	0,11	2,69
BOR12-04	7,1	486,3	3713,0	-475,5	620,4	27,7	17,1	514,8	0,13	2,42
CHA12-05	5,1	307,2	2733,0	-420,4	612,8	23,4	16,7	322,0	0,11	3,27
MAR12-06	10,3	446,9	2100,0	-436,5	618,3	26,6	20,9	464,3	0,21	2,02
PIC12-07	11,5	485,2	2347,0	-350,1	621,9	24,4	25,2	494,0	0,21	2,20
PIC12-08	7,5	271,3	2385,0	-305,8	642,3	25,6	19,1	280,7	0,11	2,55
PIC12-08 (bis)	7,4	249,3	2185,0	-280,9	638,8	24,7	19,1	261,6	0,11	2,58
AIZ12-09	5,9	142,7	8680,0	-201,7	646,2	26,3	13,9	156,8	0,02	2,36
AIZ12-09-04	6,4	135,1	742,1	-166,3	619,9	25,0	14,6	150,6	0,18	2,27
AIZ12-09-04T	6,5	299,8	1703,0	-437,9	573,1	21,6	15,3	332,1	0,18	2,35
AIZ12-09-09	7,8	249,2	1242,0	-287,5	600,4	22,7	16,9	271,6	0,20	2,17
AIZ12-09-09T	8,6	427,7	2021,0	-390,7	595,5	25,0	15,8	463,5	0,21	1,83
JAU12-10	9,8	227,2	929,2	-344,1	635,2	28,1	21,0	240,5	0,24	2,15
SOU12-11	6,6	274,2	1517,0	-342,2	623,0	22,6	14,3	273,3	0,18	2,16
SOU12-11-01	4,6	128,4	1157,0	-209,6	600,3	24,0	13,3	143,7	0,11	2,90
SOU12-11-01T	8,4	399,0	3754,0	-373,2	594,4	22,2	24,9	407,8	0,11	2,98
SOU12-11-06	6,9	272,1	1814,0	-269,2	608,2	22,5	15,5	291,9	0,15	2,24
SOU12-11-06T	11,2	180,4	1467,0	-161,5	631,3	24,6	29,9	182,9	0,12	2,67
THU12-12-02	21,5	127,1	319,4	-379,7	598,6	25,2	35,4	129,8	0,40	1,65
THU12-12-02T	17,3	112,6	295,3	-311,5	597,9	25,2	27,0	118,0	0,38	1,56
THU12-12-08	16,0	105,1	280,3	-358,1	600,0	22,5	23,0	112,0	0,37	1,44
THU12-13	13,5	432,6	2294,0	-253,0	638,2	25,5	33,6	429,9	0,19	2,49
ROC12-14	32,8	40,4	100,8	-378,7	625,8	27,9	55,6	40,9	0,40	1,69
ROC12-14 (bis)	32,2	38,7	96,2	-357,7	618,3	26,8	55,5	39,1	0,40	1,72
CHE12-15A	7,0	276,4	1419,0	-328,4	632,6	28,1	12,2	310,6	0,19	1,75
PAL12-16	7,8	658,9	4800,0	-555,3	611,8	28,2	17,8	681,8	0,14	2,28
PAL12-17	5,6	499,8	4342,0	-400,7	625,4	27,3	13,5	537,6	0,12	2,41
VES12-18	25,6	1128,0	4868,0	-329,0	639,0	28,1	50,0	1103,0	0,23	1,95
VES12-18 (bis)	25,7	1094,0	4791,0	-323,1	640,6	28,6	50,6	1073,0	0,23	1,97
CHAM12-19	4,1	230,8	1700,0	-387,3	622,7	27,0	10,1	275,7	0,14	2,49
CHAM12-19 (bis)	4,1	226,3	1668,0	-381,3	622,7	26,7	10,2	270,7	0,14	2,48

## Annexe 7 : Données analyses paléomagnétisme

Cette annexe regroupe l'ensemble des données obtenues sur les analyses de Thellier et Thellier, de désaimantation thermique et analyses thermomagnétiques. Les données en gras et italique correspondent à des valeurs non retenues : dépassement des critères de sélection utilisés, valeurs aberrantes,... Les valeurs en bleues pour les analyses de désaimantation thermique correspondent à des données obtenues pour les pôles associés aux analyses des grands cercles.

### Iles Canaries

Carotte	BC	DesTH : N/n = 10/10			Paléointensité : N/n = 14/8																	
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erreur (μT)	
TT56-01	HTBT	-1.9	68.3	1.9	100-300	7	-5.6	63.6	4.9	4.9	101.8	-1.6	0.05	0.14	0.68	0.86	11.3	3.6	1.4	11	47.6	2.5
TT56-02	BT	8.7	64.2	1.6	20-160	4	4.6	64.9	2.2	1.9	128.8	-1.7	0.04	0.09	0.66	0.77	11.6	3.2	0.8	9	50.6	2.3
TT56-03	HTBT				85-220	6	0.9	66.9	1.3	3.0	128.9									0		
TT56-04	BT	8.5	66.2	1.4	85-300	7	4.6	70.1	2.2	4.2	158.3									0		
TT56-05	BT	4.7	68.8	1.4	20-190	5	9.7	68.6	2.9	1.8	143.9	-2.2	0.06	0.12	0.60	0.82	8.8	3.9	4.9	8	67.0	3.7
TT56-06	HTBT	10.1	62.8	1.9	70-390	6	12.3	61.6	1.8	1.6	121.0	-2.6	0.03	0.06	0.72	0.76	21.4	3.5	-1.5	10	76.7	2.0
TT56-07	HTBT	-3.4	67.6	1.9	70-190	5	2.9	66.2	1.6	2.8	120.1	-2.5	0.07	0.15	0.37	0.80	4.3	4.2	-0.6	8	74.7	5.1
TT56-08	HTBT				70-190	5	17.9	68.8	2.3	3.8	130.5	-2.6	0.09	0.20	0.30	0.79	2.7	7.1	-9.7	1	78.0	7.1
TT56-09	HTBT				70-190	5	9.6	70.0	2.5	1.8	127.0									0		
TT56-10	HTBT	16.3	71.7	2.4	85-300	7	8.5	69.7	3.4	3.3	129.9	-1.7	0.08	0.21	0.53	0.86	5.7	3.6	0.7	10	52.2	4.2
TT56-11	HTBT	20.0	70.3	1.9	20-300	7	14.2	69.2	4.2	2.3	152.6	-1.7	0.05	0.16	0.60	0.88	9.8	1.1	1.9	11	50.4	2.7
TT56-12	HTBT	4.8	69.6	1.6	120-220	5	-1.1	68.8	0.9	2.2	125.2	-1.2	0.10	0.17	0.35	0.73	2.5	4.0	-5.9	7	37.2	3.7
TT56-13	HTBT				100-220	6	17.2	79.3	1.2	11.0	101.8	-1.6	0.13	0.26	0.35	0.79	2.1	3.5	-10.7	1	48.7	6.3
TT56-14	HTBT	6.6	75.5	1.9	100-220	6	9.8	74.7	2.0	1.2	117.0	-1.7	0.12	0.25	0.42	0.78	2.6	4.8	-2.4	9	49.7	6.2
Site TT56		7.3	68.6	α <sub>95</sub> = 2.7° k = 325.5	Hpaléo (μT) = 50.4 ± 8.1	VADM (x10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 10.2 ± 1.6					θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 μT β = 16.2											

Carotte	BC	DesTh : N/n = 12/5			PI : N/n = 12/0				
		D (°)	I (°)	MAD (°)	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)
TT57-01	HT	8.7	50.3	1.5	13.6	42.5	5.5	8.5	104.2
TT57-02	HT	6.3	55.3	1.5	8.1	53.0	1.9	2.5	149.1
TT57-03	HT	<b>86.8</b>	<b>44.8</b>	<b>1.5</b>	98.7	45.8	9.1	8.4	114.8
TT57-04	HT	-17.2	47.7	1.6	-17.6	46.8	1.2	0.9	141.0
TT57-05	HT	4.2	55.2	1.5	7.4	51.3	3.0	4.3	144.2
TT57-06	HT	1.9	52.6	1.3	5.0	50.2	2.4	3.0	158.4
TT57-07	HT	<b>83.8</b>	<b>6.1</b>	<b>1.8</b>	11.4	56.6	1.6	75.3	138.3
TT57-08	HT	<b>109.0</b>	<b>51.1</b>	<b>1.2</b>	12.2	55.4	2.0	53.3	156.8
TT57-09	HT	<b>93.0</b>	<b>53.3</b>	<b>2.0</b>	-4.9	51.9	1.9	54.5	152.6
TT57-10	HT	<b>118.2</b>	<b>84.5</b>	<b>1.5</b>	11.1	53.7	2.4	38.2	169.5
TT57-11	HT	<b>103.3</b>	<b>41.6</b>	<b>1.6</b>	5.0	48.4	2.3	64.8	151.2
TT57-12	HT	<b>44.4</b>	<b>-31.1</b>	<b>1.5</b>	9.1	48.4	2.2	85.6	123.9
Site TT57		0.4	52.6	$\alpha_{95} = 6.9^\circ$ $k = 122.5$	Uniquement des diagrammes d'Arai hyperbolique : aucune interprétation effectuée				

Carotte	BC	DesTH : N/n = 11/8			Paléointensité : N/n = 11/8																	
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erreur (μT)	
LPR01-01	HT	-8.6	26.5	2.1	20-450	6	-5.3	24.0	3.1	3.9	109									0		
LPR01-02	HTBT	-6.7	22.7	1.7																0		
LPR01-03	HTBT	-20.1	43.9	1.5	20-420	4	-21.4	44.3	4.1	1.0	138	-1.0	0.08	0.22	0.72	0.86	7.8	2.5	-3.1	11	29.9	2.4
LPR01-04	HTBT	-19.7	39.7	1.4	20-420	4	-22.9	43.1	3.2	4.2	137	-0.9	0.08	0.22	0.69	0.83	7.5	3.8	-1.5	10	26.4	2.0
LPR01-05	HTBT	-11.9	43.6	1.7	70-160	4	-9.5	42.6	3.0	2.0	158	-0.7	0.14	0.31	0.59	0.74	3.2	<b>22.2</b>	<b>20.1</b>	1	21.8	3.0
LPR01-06	HTBT	<b>270.6</b>	<b>44.7</b>	<b>1.6</b>	20-410	4	-6.1	53.7	8.2	<b>52.0</b>	151	-0.9	0.05	0.12	0.83	0.72	13.0	2.9	-2.3	1	26.7	1.2
LPR01-07	HTBT	-17.3	49.4	2.2	20-410	4	-22.3	46.8	6.0	4.2	134	-0.9	0.05	0.13	0.80	0.74	12.3	4.4	-5.5	9	27.0	1.3
LPR01-08	HTBT	-20.9	37.8	2.0	20-190	5	-17.0	41.1	5.7	4.5	143									0		
LPR01-09	HTBT	-22.2	46.9	4.8	20-190	5	-19.5	38.6	3.9	8.5	138	-0.8	0.06	0.15	0.78	0.80	9.9	<b>13.2</b>	<b>7.1</b>	1	24.3	1.5
LPR01-10	HTBT	-27.0	48.8	1.9	20-190	5	-24.2	45.4	2.9	4.0	126	-0.9	0.06	0.15	0.72	0.80	10.0	<b>14.5</b>	<b>7.2</b>	1	27.5	1.6
LPR01-11	BT	-19.8	42.7	3.4	20-190	5	-14.0	44.1	2.6	4.5	160	-1.0	0.06	0.16	0.60	0.83	8.5	<b>18.6</b>	<b>29.5</b>	1	30.5	1.8
Site LPR01		-19.8	44.2	α <sub>95</sub> = 3.5° k = 251.2	Hpaléo (μT) = 26.8 ± 2.8		VADM (x10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 5.4 ± 0.6					θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 μT β = 10.5										

Carotte	BC	DesTH : N/n = 12/0			PI
		D	I	MAD	Aucune analyse
LPR02-01	HTBT	195,5	61,4		Les désaimantations thermiques révèlent des aimantations multicomposantes, peu favorables pour une analyse de paléointensité
LPR02-02	HTBT	199,0	61,1		
LPR02-03	HTBT	-7,1	29,1	2,1	
LPR02-04	HTBT	174,0	51,2		
LPR02-05	HTBT	-6,9	16,2	3,5	
LPR02-06	HTBT	138,8	26,3		
LPR02-07	HT	3,8	46,2	1,1	
LPR02-08	HT	19,3	37,7	2,9	
LPR02-09	HT	7,8	57,7	1,0	
LPR02-10	HTBT	-2,7	44,6	1,3	
LPR02-11	HT	-11,6	46,5	1,3	
LPR02-12	HT	-20,1	34,5	2,5	
Site LPR02	Les directions obtenues via les ChRMs et celle obtenue via les grands cercle diffèrent trop pour déterminer une paléodirection pour ce site				

Carotte	BC	DesTH : N/n = 9/8			Paléointensité : N/n = 10/5																	
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erreur (μT)	
LPR03-01	HTBT				140-450	3	-15.2	53.1	1.0	6.7	159.1	-1.6	0.07	0.21	0.65	0.85	7.4	7.3	26.1	1	47.2	3.5
LPR03-02	HTBT	-21.5	59.9	1.5	100-545	10	-13.0	57.0	1.2	5.3	140.2	-1.4	0.01	0.06	0.88	0.89	54.7	1.9	1.7	11	42.6	0.6
LPR03-03	HT	-15.0	57.2	1.7	20-545	11	-14.0	58.2	1.9	1.2	121.0	-1.3	0.02	0.07	0.88	0.88	51.3	3.8	0.2	11	39.4	0.6
LPR03-04	HTBT	-27.2	54.4	2.4	20-370	4	-26.7	56.8	1.7	2.4	131.0	-1.4	0.11	0.28	0.54	0.85	4.4	5.8	9.5	8	43.2	4.6
LPR03-05	HTBT	318.7	-59.5	3.4	20-370	4	303.9	-58.6	2.0	7.6	55.3	-1.1	0.10	0.28	0.47	0.85	4.0	4.0	-0.7	8	33.9	3.3
LPR03-06	HT	-14.5	61.4	1.5	180-420	5	-33.7	59.1	3.4	9.8	88.4	-0.8	0.09	0.21	0.55	0.79	4.7	9.7	7.0	1	22.6	2.1
LPR03-07	HTBT	-18.5	60.9	2.2	20-480	4	-19.5	56.3	2.7	4.7	131.2									0		
LPR03-08	HT	-35.4	63.1	1.3	20-510	5	-32.3	63.3	2.8	1.4	97.6									0		
LPR03-09	HT	-25.5	52.7	1.6	20-510	6	-26.8	50.3	3.3	2.5	113.0									0		
LPR03-10	HTBT	-24.2	56.2	1.6	20-500	6	-27.02	57.21	2.73	1.8	108.4	-1.6	0.05	0.16	0.77	0.86	14.1	4.9	3.5	11	47.9	2.3
Site LPR03		-22.7	58.4	α <sub>95</sub> = 3.5° k = 253.8	Hpaléo (μT) = 44.1 ± 3.5		VADM (x10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 8.9 ± 0.7					θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 μT β = 8.0										

Carotte	BC	DesTh : N/n = 9/7			Paléointensité : N/n = 10/6																	
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erreur (μT)	
LPR04-01	HTBT	-2.7	38.2	1.5	20-370	4	-5.3	38.5	3.3	2.1	114.4	-1.0	0.07	0.18	0.77	0.83	9.6	4.0	8.7	9	29.0	1.9
LPR04-02	HTBT	4.2	36.7	1.6	20-410	5	6.7	32.5	2.6	4.7	135.3									0		
LPR04-03	HTBT	2.8	38.3	1.6	220-330	3	-2.2	41.4	3.3	4.9	123.0	-0.7	0.08	0.14	0.55	0.75	5.2	<b>10.3</b>	<b>12.0</b>	1	<b>21.9</b>	<b>1.7</b>
LPR04-04	HTBT				220-370	3	-6.7	23.8	3.7	<b>16.7</b>	122.0	-1.2	0.05	0.08	0.60	0.72	9.2	<b>13.8</b>	<b>15.5</b>	1	<b>34.8</b>	<b>1.6</b>
LPR04-05	HTBT	<b>1.6</b>	<b>50.5</b>	<b>1.9</b>	220-410	4	-4.8	48.5	2.7	4.6	131.9	-1.1	0.05	0.10	0.66	0.77	10.6	6.4	8.4	8	31.7	1.5
LPR04-06	HTBT	9.6	36.1	1.9	100-370	5	5.7	38.0	4.2	3.7	131.1	-1.0	0.05	0.13	0.75	0.80	11.2	6.9	10.0	8	30.1	1.6
LPR04-07	HT	3.0	40.1	1.4	20-530	9	2.9	39.3	1.9	0.8	129.3	-0.9	0.02	0.08	0.91	0.88	35.9	2.9	9.7	10	25.8	0.6
LPR04-08	HTBT	7.7	37.4	1.7	20-420	4	6.1	35.8	4.3	2.0	127.8	-0.7	0.09	0.24	0.90	0.81	8.2	<b>7.1</b>	<b>10.1</b>	1	20.6	1.8
LPR04-09	HTBT	7.3	34.9	1.3	100-420	4	5.5	31.0	2.5	4.2	100.3	-0.9	0.07	0.20	0.62	0.86	7.1	3.7	5.6	8	26.8	2.0
LPR04-10	HT	<b>-13.0</b>	<b>44.1</b>	<b>1.3</b>	220-530	3	-13.5	43.7	3.9	0.6	81.7									0		
Site LPR04		4.6	37.5	$\alpha_{95} = 2.7^\circ$ $k = 486.4$	Hpaléo (μT) = 27.3 ± 3.9		VADM (x10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 5.5 ± 0.7					θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 μT β = 14.4										

Carotte	BC	DesTH : N/n = 10/8			Paléointensité : N/n = 10/7																		
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo $\pm$ Erreur ( $\mu$ T)		
LPR05-01	HT	-5.5	59.6	1.3	20-590	15	-3.1	57.0	1.4	2.9	130.9	-1.5	0.01	0.07	0.85	0.92	52.4	4.4	2.5	11	45.2	0.7	
LPR05-02	HTBT	-14.1	54.3	1.7	20-590	15	-8.3	53.2	1.1	3.6	131.7	-1.9	0.03	0.12	0.91	0.92	31.7	5.2	-4.4	11	57.3	1.5	
LPR05-03	HTBT	-16.8	69.5	1.3	20-540	7	-17.5	71.7	2.9	2.2	155.7	-2.2	0.03	0.09	0.72	0.67	17.5	6.3	-6.7	10	66.0	1.8	
LPR05-04	HT	5.0	59.9	0.8	20-520	8	1.6	57.8	2.1	2.8	84.5	-1.1	0.05	0.16	0.67	0.88	12.7	3.0	7.2	11	32.3	1.5	
LPR05-05	HT	1.6	58.4	2.0	20-515	8	4.0	57.1	1.8	1.8	139.7	-1.6	0.03	0.10	0.72	0.89	24.8	1.7	-0.2	12	47.4	1.2	
LPR05-06	HT	-16.6	69.8	1.4	20-515	9	-5.1	69.6	1.6	4.0	108.2	-1.5	0.03	0.11	0.65	0.87	18.7	1.2	3.1	11	45.8	1.4	
LPR05-07	HT	-78.1	58.6	1.4	20-410	4	-15.0	61.0	1.6	30.7	99.2	-2.0	0.05	0.15	0.40	0.84	6.4	7.3	0.3	1	61.4	3.2	
LPR05-08	HT	-71.9	46.7	1.7	20-410	4	1.0	46.9	1.6	48.0	99.4	-1.8	0.06	0.17	0.41	0.83	5.7	5.2	10.2	1	54.1	3.2	
LPR05-09	HT	29.6	69.4	1.9	20-515	9	13.2	69.9	1.7	5.7	104.6	-1.3	0.04	0.12	0.61	0.88	15.1	2.8	-4.4	10	40.0	1.4	
LPR05-10	HT	-13.4	60.4	2.1	20-515	8	-3.2	60.9	1.5	5.0	103.9	-1.7	0.04	0.15	0.75	0.89	15.1	1.6	3.7	11	51.1	2.2	
Site LPR05		-4.4	63.3	$\alpha_{95} = 6.1^\circ$ $k = 83.3$	Hpaleo ( $\mu$ T) = 48.7 $\pm$ 5.9		VADM ( $\times 10^{22}$ Am <sup>2</sup> ) = 9.8 $\pm$ 1.1					$\theta$ : écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 $\mu$ T $\beta = 12.1$											

Carotte	BC	DesTH : N/n = 12/8			Paléointensité : N/n = 8/2																	
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erreur (μT)	
LPR06-01	HT	-17.6	21.2	1.8																		
LPR06-02	HTBT	-2.8	36.1	2.6	20-190	5	-11.3	31.8	5.4	8.3	136.7	-0.8	0.09	0.17	0.51	0.72	4.3	3.5	0.2	7	24.1	2.1
LPR06-03	BT	-8.9	37.4	4.9	20-140	3	-4.7	35.9	4.2	3.7	149.4	-0.8	0.12	0.30	0.73	0.77	4.6	6.7	7.8	8	23.8	2.9
LPR06-04	HTBT	-12.8	26.7	3.3			-11.5	35.6	4.4	8.9	138.5									0		
LPR06-05	BT	1.4	33.1	5.8			4.9	36.1	2.1	4.2	160.3									0		
LPR06-06	BT	-15.4	34.4	3.9			-18.8	41.0	4.4	7.2	117.3									0		
LPR06-07	BT	-2.0	57.4	3.3																		
LPR06-08	BT	-15.3	45.0	3.9			6.2	45.7	5.1	15.1	128.2									0		
LPR06-09	BT	-19.6	39.1	2.7			-20.2	40.1	6.5	1.1	138.9									0		
LPR06-10	BT	-63.3	65.9	2.8																		
LPR06-11	BT	-7.8	43.6	3.5			-6.8	43.4	0.7	0.8	129.9									0		
LPR06-12	BT	221.3	78.7	5.0																		
Site LPR06		-10.1	37.1	α <sub>95</sub> = 5.6° k = 99.8	Hpaleo (μT) = 23.9		VADM (×10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 4.8				θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 μT											

Carotte	BC	DesTH : N/n = 10/10			Paléointensité : N/n = 7/3																		
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo $\pm$ Erreur ( $\mu$ T)		
LPR08-01	HT	11.1	56.2	1.6	20-530	9	6.6	55.4	2.8	2.6	103.7	-1.0	0.02	0.09	0.98	0.83	34.6	5.5	8.9	10	29.5	0.7	
LPR08-02	HTBT	2.6	53.1	1.2	20-260	6	-0.4	51.6	2.4	2.3	57.6	-1.3	0.05	0.14	0.75	0.84	12.4	6.4	<b>10.5</b>	1	38.7	2.0	
LPR08-03	HT	9.1	46.4	1.9	20-515	10	12.5	41.4	3.0	5.5	92.6	-1.3	0.05	0.18	0.70	0.81	11.2	4.9	8.4	9	39.2	2.0	
LPR08-04	HT	9.5	48.5	1.2			12.8	48.2	1.5	2.3										0			
LPR08-05	HTBT	1.2	47.4	2.4	100-210	<b>2</b>	12.8	48.2	1.5	7.8	101.1	-1.3	0.04	0.04	0.40	0.41	4.5	4.4	-7.2	<b>1</b>	<b>39.4</b>	<b>1.5</b>	
LPR08-06	HTBT	<b>125.5</b>	<b>18.9</b>																				
LPR08-07	HTBT	-3.0	44.3	2.2	20-210	<b>2</b>	-2.7	35.7	3.0	8.6	132.1	-1.6	0.04	0.06	0.69	0.61	9.7	1.5	-1.4	<b>1</b>	<b>47.9</b>	<b>2.1</b>	
LPR08-08	HTBT	4.7	43.9	1.9	100-210	<b>2</b>	8.1	36.6	2.9	7.7	142.6	-1.6	0.04	0.04	0.48	0.40	4.7	3.1	4.5	<b>1</b>	<b>48.0</b>	<b>1.9</b>	
LPR08-09	HTBT	<b>-85.4</b>	<b>0.8</b>																				
LPR08-10	HTBT	<b>112.2</b>	<b>23.6</b>																				
Site LPR08		4.5	48.5	$\alpha_{95} = 3.6^\circ$ $k = 190.6$	Hpaleo ( $\mu$ T) = 35.8 $\pm$ 5.5		VADM ( $\times 10^{22}$ Am <sup>2</sup> ) = 7.2 $\pm$ 1.0					$\theta$ : écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 $\mu$ T $\beta = 15.4$											

Carotte	BC	DesTH : N/n = 10/8			Paléointensité : N/n = 11/5																		
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erreur (μT)		
LPR09-01	HTBT				20-260	8	3.0	42.2	2.1	18.3	98.4	-1.4	0.05	0.15	0.62	0.87	10.2	4.6	6.4	7	41.4	2.2	
LPR09-02	HTBT	-23.5	40.6	1.4	20-260	8	-23.4	42.3	2.0	1.6	98.5	-1.4	0.06	0.18	0.60	0.86	8.3	5.4	4.2	10	41.3	2.6	
LPR09-03	HTBT	-19.0	39.2	1.5	20-320	5	-13.1	39.7	1.2	4.5	93.8	-1.1	0.10	0.20	0.65	0.79	5.0	6.3	5.2	7	32.3	3.3	
LPR09-04	HTBT	-19.6	35.7	2.4	20-430	5	-15.2	36.4	1.8	3.6	100.8	-1.5	0.11	0.26	0.57	0.84	4.5	4.5	-10.7	1	44.5	4.7	
LPR09-05	HTBT	-6.2	36.7	1.5	20-430	5	-3.8	37.9	1.5	2.2	74.2	-1.7	0.10	0.25	0.66	0.84	5.4	3.0	4.8	10	52.0	5.4	
LPR09-06	HTBT	-35.1	38.2	1.7			-30.3	38.0	3.6	3.8	99.2									0			
LPR09-07	HTBT	-24.5	38.5	1.9			-23.7	38.5	2.5	0.6	59.7									0			
LPR09-08	BT	-17.3	36.3	1.8			-17.8	37.0	2.0	0.8	104.5									0			
LPR09-09	HTBT	-20.5	38.1	1.9			-18.3	40.4	1.4	2.8	64.1									0			
LPR09-10	HTBT	-16.4	37.2	3.1			-12.8	38.7	1.6	3.3	58.7									0			
LPR09-11	HTBT	-21.9	41.1	1.4			53.4	54.5	2.7	49.8	123.0									0			
Site LPR09		-20.3	38.4	α <sub>95</sub> = 2.0° k = 764.7	Hpaleo (μT) = 42.3 ± 7.1		VADM (x10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 8.5 ± 1.3					θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 μT											

Carotte	BC	DesTH : N/n = 10/9			Paléointensité : N/n = 11/0																
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo $\pm$ Erreur ( $\mu$ T)
RGC01-01	HTBT	-5.5	43.5	2.3			-2.3	40.6	2.5	3.7	108.8									0	
RGC01-02	HT	-1.1	39.3	2.2			0.8	41.4	2.9	2.6	125.5									0	
RGC01-03	HTBT	-12.2	38.1	1.6	85-190	5	-6.9	36.9	2.3	4.4	121.2	-1.8	0.05	0.13	0.54	0.84	8.6	2.9	-2.6	8	<b>52.6</b> <b>2.8</b>
RGC01-04	HTBT	-12.4	35.2	2.0	85-190	5	-5.0	32.4	3.3	6.8	81.0	-0.9	0.08	0.15	0.47	0.80	5.0	1.6	1.2	8	<b>26.3</b> <b>2.0</b>
RGC01-05	HTBT	-6.2	35.6	2.1			-7.7	33.9	2.9	2.2	146.2									0	
RGC01-06	HTBT	-7.5	39.5	1.7	100-260	2	-0.8	32.7	2.5	8.7	102.3	-0.9	0.14	0.25	0.50	0.74	2.6	5.9	4.5	1	<b>25.9</b> <b>3.7</b>
RGC01-07	HT				20-370	4	13.4	58.0	3.2	<b>23.0</b>	105.3	-1.4	0.07	0.19	0.66	0.87	8.1	2.1	-1.2	1	<b>42.0</b> <b>3.0</b>
RGC01-08	HTBT	-8.2	34.7	1.9			-2.7	32.9	4.9	4.9	115.9									0	
RGC01-09	HTBT	-11.1	43.5	2.6	70-220	6	-4.3	41.5	2.2	5.4	107.9	-1.3	0.13	0.31	0.41	0.81	2.6	6.6	<b>-11.1</b>	1	<b>39.4</b> <b>5.0</b>
RGC01-10	HTBT	-5.1	43.2	3.0			0.8	34.2	3.0	10.1	113.2									0	
RGC01-11	HTBT	-2.7	<b>50.4</b>	<b>2.2</b>			3.1	48.6	2.9	4.2	148.2									0	
Site RGC01		-7.6	39.4	$\alpha_{95} = 3.0^\circ$ $k = 299.3$	Hpaleo ( $\mu$ T) = non déterminé		$\theta$ : écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 $\mu$ T														

Carotte	BC	DesTh : N/n = 12/6			PI
		D	I	MAD	
RGC02-01	HTBT	103,3	61		Les désaimantations thermiques révèlent des aimantations multicomposantes, peu favorables pour une analyse de paléointensité
RGC02-02	HTBT	-34,4	28,9	1,9	
RGC02-03	HTBT	153,9	53,2		
RGC02-04	HTBT	221,1	43		
RGC02-05	HTBT	-18,5	51,6	1,9	
RGC02-06	HTBT	12,9	46,7	2,1	
RGC02-07	HTBT	24,2	32,5	1,4	
RGC02-08	HTBT	-14,7	54,9	2,4	
RGC02-09	HTBT	86,1	39,9		
RGC02-10	HTBT	310,6	28,2	2,1	
RGC02-11	HTBT	109,1	48,3		
RGC02-12	HTBT	176,2	50,2		
Site RGC02		-29,5	30,3	$\alpha_{95} = 5.7^\circ$ $k = 138.6$	

Carotte	BC	DesTH : N/n = 11/12			Paléointensité : N/n = 13/3																
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo $\pm$ Erreur ( $\mu$ T)
RGC03-01	HT	-9.2	22.6	2.2	20-420	4	-12.4	21.0	2.8	3.3	83.9	-1.1	0.06	0.16	0.61	0.85	8.9	5.5	3.4	9	31.7 1.8
RGC03-02	HT				20-410	6	-16.2	26.6	3.7	9.8	105.3	-1.3	0.05	0.15	0.63	0.87	10.6	<b>7.6</b>	-8.4	1	39.1 2.0
RGC03-03	HTBT	-11.0	22.3	2.8	20-420	3	-11.5	21.5	2.8	0.9	104.1	-0.7	0.05	0.13	0.70	0.82	10.8	<b>8.0</b>	<b>-11.4</b>	1	<b>19.7</b> <b>1.1</b>
RGC03-04	HTBT	-3.9	28.0	2.0																0	
RGC03-05	HTBT	-4.6	25.4	1.8																0	
RGC03-06	HTBT	-5.0	24.1	2.5																0	
RGC03-07	HTBT	-3.0	23.2	2.5	70-260	5	-0.46	24.22	2.70	2.6	154.9	-0.9	0.09	0.23	0.53	0.83	5.1	4.7	7.2	8	26.3 2.3
RGC03-08	HTBT	-0.7	21.6	1.8																0	
RGC03-09	HTBT	-2.8	21.9	1.7	120-220	4	-2.67	20.77	1.04	1.1	158.5	-0.4	0.08	0.14	0.43	0.72	3.9	6.2	<b>10.3</b>	1	<b>13.2</b> <b>1.1</b>
RGC03-10	HTBT	-4.8	28.3	2.4																0	
RGC03-11	HTBT	-12.8	23.5	2.1																0	
RGC03-12	HTBT	-18.5	<b>33.5</b>	<b>2.1</b>																0	
RGC03-13	HTBT	-3.7	24.4	1.7																0	
Site RGC03		-5.6	24.2	$\alpha_{95} = 2.3^\circ$ $k = 386.9$	Hpaleo ( $\mu$ T) = 32.4 $\pm$ 6.4		VADM ( $\times 10^{22}$ Am <sup>2</sup> ) = 6.6 $\pm$ 1.1		$\theta$ : écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 $\mu$ T $\beta = 19.8$												

Carotte	BC	DesTH : N/n = 12/10			Paléointensité : N/n = 12/9																
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo $\pm$ Erreur ( $\mu$ T)
RGC04-01	HT	-24.5	34.6	1.9	220-410	4	-17.7	36.1	1.3	5.8	139.2	-1.2	0.07	0.15	0.54	0.78	6.1	7.0	5.9	6	34.8 2.4
RGC04-02	HT	-13.1	42.6	1.8	220-450	5	-8.7	36.5	1.9	6.9	130.3	-1.0	0.07	0.17	0.38	0.77	3.9	<b>11.0</b>	<b>14.3</b>	1	30.4 2.3
RGC04-03	HT	-22.5	30.7	0.9			-20.4	30.6	1.0	1.8	156.3									0	
RGC04-04	HT	<b>-20.9</b>	<b>20.8</b>	<b>2.8</b>	260-500	5	-18.6	13.7	5.2	7.4	120.5	-0.9	0.04	0.10	0.64	0.84	12.6	<b>8.4</b>	4.7	1	25.5 1.1
RGC04-05	HT	-23.7	32.2	1.1	340-520	6	-24.5	31.1	1.2	1.3	125.7	-1.1	0.07	0.16	0.49	0.79	5.3	5.5	<b>11.3</b>	1	33.7 2.5
RGC04-06	HT	<b>-43.3</b>	<b>22.0</b>	<b>2.5</b>	220-515	7	-38.7	17.6	3.9	6.3	92.5	-0.7	0.06	0.18	0.75	0.85	9.9	6.5	8.0	9	21.5 1.4
RGC04-07	HT	-24.2	25.4	2.6			-17.5	22.1	2.2	7.0	83.9									0	
RGC04-08	HT	-10.6	26.6	2.0	100-450	5	-10.8	20.4	1.4	6.2	90.1	-1.1	0.07	0.16	0.36	0.81	4.5	<b>7.8</b>	0.7	1	33.6 2.2
RGC04-09	HT	-18.9	28.4	2.3	300-520	5	-16.5	25.5	2.2	3.7	114.3	-1.1	0.10	0.23	0.60	0.81	5.0	4.9	6.3	7	34.4 3.3
RGC04-10	HT	-12.5	35.1	2.6	180-515	5	-10.2	31.9	2.7	3.7	68.5	-0.9	0.05	0.15	0.79	0.85	12.8	4.2	8.6	9	26.0 1.4
RGC04-11	HT	-15.4	37.2	1.4	370-515	5	-14.1	33.0	2.7	4.3	89.1	-1.2	0.06	0.11	0.52	0.76	7.2	5.1	8.2	7	37.0 2.1
RGC04-12	HT	-22.3	29.7	1.5			-19.8	27.6	2.4	3.0	86.0									0	
Site RGC04		-18.9	32.4	$\alpha_{95} = 4.2^\circ$ $k = 136.3$	Hpaleo ( $\mu$ T) = 30.8 $\pm$ 5.3		VADM ( $\times 10^{22}$ Am <sup>2</sup> ) = 6.2 $\pm$ 0.9		$\theta$ : écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 $\mu$ T $\beta = 17.1$												

Carotte	BC	DesTH : N/n = 10/8			Paléointensité : N/n = 10/10																	
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo $\pm$ $\mu$ T	
RGC07-01	BT	15.3	33.8	1.2	20-220	7	15.9	33.0	1.2	0.9	138.5	-1.0	0.05	0.13	0.71	0.85	11.2	5.2	10.3	1	30.3	1.6
RGC07-02	HTBT	12.9	43.4	1.2	20-260	7	12.6	42.0	3.3	1.5	111.5	-0.9	0.06	0.17	0.70	0.88	10.4	5.2	-1.9	11	27.0	1.6
RGC07-03	HTBT	12.2	40.7	1.2	20-220	5	12.9	38.7	2.2	2.2	115.5	-0.9	0.05	0.13	0.77	0.85	13.2	2.2	-1.3	11	26.9	1.3
RGC07-04	HTBT	3.0	39.9	1.3	20-260	7	6.5	38.4	3.0	3.1	102.8	-0.9	0.06	0.16	0.73	0.87	11.0	3.8	-3.0	11	27.1	1.6
RGC07-05	HTBT	-16.1	38.1	1.0	20-190	5	-10.6	37.0	1.8	4.5	77.8	-1.0	0.04	0.09	0.63	0.84	13.8	3.9	-4.5	8	29.9	1.2
RGC07-06	HTBT	-6.1	43.8	0.7	20-190	5	0.0	42.8	2.1	4.5	127.5	-1.0	0.06	0.15	0.70	0.85	10.0	5.9	3.6	9	29.9	1.8
RGC07-07	HTBT	-9.9	42.3	1.5	20-220	6	-8.3	39.3	2.4	3.2	126.2	-0.9	0.05	0.14	0.80	0.85	13.2	4.1	4.9	11	28.0	1.4
RGC07-08	HTBT	0.3	43.4	0.9	20-220	6	-1.3	43.1	1.6	1.2	137.3	-1.0	0.04	0.12	0.92	0.86	17.7	3.6	4.6	11	29.0	1.3
RGC07-09	HTBT	-4.2	39.9	1.4	20-260	7	-3.1	40.5	2.5	1.0	117.5	-0.9	0.04	0.11	0.83	0.87	18.3	6.4	-8.7	10	26.5	1.0
RGC07-10	BT	3.7	39.5	1.1	20-190	5	5.1	39.9	1.7	1.1	120.3	-1.0	0.05	0.11	0.79	0.84	14.2	3.6	0.5	9	30.1	1.4
Site RGC07		1.5	41.9	$\alpha_{95} = 4.4^\circ$ $k = 162.0$	Hpaléo ( $\mu$ T) = 28.5 $\pm$ 1.5		VADM ( $\times 10^{22}Am^2$ ) = 5.8 $\pm$ 0.3					$\theta$ : écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 $\mu$ T $\beta = 5.4$										

Carotte	BC	DesTH : N/n = 15/12				Paléointensité : N/n = 14/8																		
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erut			
RGC08-01	HT	-54.5	65.0	1.7	20-570	6	-41.1	69.4	2.7	6.8	91.3	-0.5	0.04	0.10	0.90	0.85	20.9	3.9	1.6	9	13.8	0.5		
RGC08-02	HT	-43.7	63.7	1.6	210-510	6	-25.5	64.6	3.6	7.9	106.3	-0.8	0.13	0.31	0.95	0.82	6.2	4.6	-0.5	9	22.6	2.9		
RGC08-03	HT	-28.3	72.8	1.7	20-430	5	-6.6	72.2	2.1	6.5	94.8									0				
RGC08-04	HTBT	-51.8	62.3	1.3	20-570	6	-50.7	70.3	3.4	8.0	123.3	-0.5	0.01	0.04	0.90	0.84	59.1	2.0	3.8	11	15.7	0.2		
RGC08-05	HT	-37.9	63.9	2.0	210-510	6	-24.2	67.7	6.3	6.7	107.4	-0.5	0.06	0.11	0.61	0.68	7.5	8.0	6.1	1	16.2	0.9		
RGC08-06	HT	-48.5	58.6	2.2	210-430	5	-29.3	62.0	2.3	10.1	113.1	-0.5	0.16	0.28	0.51	0.74	2.3	10.7	5.0	1	15.6	2.6		
RGC08-07	HT	-39.7	65.1	1.5	210-380	4	-21.9	68.3	1.8	7.7	108.1	-0.5	0.01	0.01	0.40	0.66	30.9	6.4	3.7	7	16.1	0.1		
RGC08-08	HT	-39.0	66.6	2.2	20-430	5	-17.5	70.6	1.5	8.7	78.3									0				
RGC08-09	HT	-44.3	60.0	2.2	210-510	5	-40.8	60.7	3.6	1.8	99.5	-1.0	0.08	0.16	0.68	0.69	5.7	4.0	-6.5	8	28.7	2.4		
RGC08-10	HT	-52.7	64.5	1.7	20-430	3	-42.6	68.0	2.2	5.4	103.2									0				
RGC08-11	HT	-50.5	61.6	1.9	20-430	4	-35.8	62.5	1.4	6.9	87.5									0				
RGC08-12	HT	-25.9	64.5	2.5			-13.6	61.7	3.1	6.2	102.2									0				
RGC08-13	HT	-59.2	65.8	1.6	210-540	5	-56.4	64.3	1.9	1.9	159.1	-0.5	0.06	0.13	0.89	0.79	12.4	7.6	10.9	1	15.6	0.9		
RGC08-14	HT	-64.1	51.5	1.9																				
RGC08-15	HT	-49.8	67.4	1.8	210-510	5	-34.4	68.2	4.1	5.8	21.2	-0.5	0.02	0.06	0.84	0.81	30.1	10.0	15.9	1	14.3	0.3		
Site RGC08		-47.6	63.8	α <sub>95</sub> = 2.1° k = 425.7	Hpaléo (μT) = 16.2 ± 2.7		VADM (x10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 3.3 ± 0.5					θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 μT β = 16.7												

Carotte	BC	DesTH : N/n = 12/10			Paléointensité : N/n = 10/9																
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprise en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	$\alpha$ (°)	$\theta$ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo $\pm$ Erreur ( $\mu$ T)
RGC09-01	HTBT	0.9	45.2	2.8			2.9	41.0	2.8	4.4	110.0									0	
RGC09-02	HTBT	3.7	53.8	1.5	20-370	5	1.6	52.0	2.1	2.1	95.4	-1.2	0.05	0.14	0.44	0.85	6.9	6.9	0.3	9	34.9 1.9
RGC09-03	HTBT	10.7	52.9	2.0	20-410	5	11.4	54.0	2.7	1.2	118.5	-0.9	0.04	0.10	0.66	0.87	15.8	5.7	4.1	10	27.0 1.0
RGC09-04	HTBT	1.9	38.6	2.2	70-260	6	5.1	38.5	2.5	2.5	70.0	-0.8	0.06	0.14	0.63	0.84	9.0	6.4	2.0	9	23.7 1.4
RGC09-05	HTBT	5.1	43.4	1.9	20-510	5	6.0	41.8	5.2	1.7	102.4	-0.9	0.10	0.26	0.97	0.78	7.6	7.0	-5.9	9	27.0 2.7
RGC09-06	HTBT	-11.6	53.1	1.8	20-510	5	-4.9	45.4	6.5	8.8	97.4	-0.7	0.05	0.12	0.95	0.78	13.9	<b>7.4</b>	-6.7	1	20.0 1.1
RGC09-07	HTBT	-9.3	51.8	2.2	20-260	4	-5.2	45.5	1.6	6.9	64.8	-0.8	0.05	0.11	0.76	0.83	13.7	4.8	5.4	7	23.8 1.1
RGC09-08	HTBT	<b>6.4</b>	<b>10.5</b>	<b>2.5</b>																	
RGC09-09	HTBT	-2.1	39.6	2.7	20-260	8	-3.5	39.2	1.5	1.1	113.1	-1.0	0.03	0.09	0.74	0.88	20.3	4.9	8.3	10	29.6 1.0
RGC09-10	HTBT	8.0	51.1	4.7	70-260	6	7.4	41.1	2.8	10.0	129.2	-0.8	0.07	0.19	0.65	0.86	7.9	5.7	5.3	8	24.7 1.8
RGC09-11	HTBT	<b>20.9</b>	<b>35.4</b>	<b>2.3</b>																	
RGC09-12	HTBT	-0.2	48.4	3.3	85-260	7	0.4	48.8	1.7	0.6	129.7	-1.1	0.07	0.18	0.73	0.86	9.5	6.5	4.7	11	32.7 2.2
Site RGC09		0.9	47.8	$\alpha_{95} = 4.4^\circ$ $k = 123.0$	Hpaléo ( $\mu$ T) = 27.0 $\pm$ 4.7		VADM ( $\times 10^{22}$ Am <sup>2</sup> ) = 5.5 $\pm$ 0.8					$\theta$ : écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI Hlab = 30 $\mu$ T $\beta = 17.4$									

Carotte	BC	DesTh : N/n = 8/8			Paléointensité : N/n = 7/5																		
		D (°)	I (°)	MAD (°)	Tprie en compte (°)	Nbre pTRM gardées	D (°)	I (°)	MAD (°)	α (°)	θ (°)	pente	St error	S	f	g	q	Maxi Drat	Cdrat	Qéch	Hpaleo ± Erreur (μT)		
RGC10-01	HT	12.5	43.0	2.1	20-410	5	8.5	41.0	3.6	3.6	91.3	-1.2	0.09	0.26	0.61	0.86	5.6	3.6	-9.1	8	37.0	3.5	
RGC10-02	HT	18.2	33.5	1.9	100-370	4	13.2	35.0	2.2	4.4	149.0	-1.2	0.08	0.21	0.59	0.85	6.0	3.4	-2.2	8	37.5	3.2	
RGC10-03	HT	19.1	36.4	1.8	100-410	5	10.9	15.6	6.1	22.1	135.6	-0.9	0.05	0.13	0.64	0.87	11.4	3.4	-3.1	1	27.7	1.4	
RGC10-04	HT	19.0	35.7	2.1																0			
RGC10-05	HTBT	15.6	40.6	3.0																			
RGC10-06	HT	13.0	42.1	1.8	100-370	4	6.1	37.6	4.4	6.9	107.9	-1.2	0.04	0.11	0.54	0.85	10.6	5.1	0.8	7	35.5	1.5	
RGC10-07	HT	12.3	38.0	1.4	20-380		7.9	34.9	4.0	4.7	122.7	-1.2	0.03	0.07	0.63	0.87	19.4	5.7	-10.0	8	34.9	1.0	
RGC10-08	HTBT	22.6	35.9	2.5	20-380	3	12.7	38.3	2.6	8.2	152.9	-1.1	0.06	0.15	0.76	0.86	11.6	4.2	-2.7	9	34.5	2.0	
Site RGC10		16.7	38.2	α <sub>95</sub> = 3.1° k = 321.5	Hpaléo (μT) = 35.9 ± 1.3		VADM (x10 <sup>22</sup> Am <sup>2</sup> ) = 7.3 ± 0.2					θ: écart angulaire entre direction du four et direction de l'échantillon obtenue par PI										Hlab = 30 μT β = 3.6	

## Ardèche

Carotte	BC	DesTh : N/n = 8/7			Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/4		
		D (°)	I (°)	MAD (°)			D (°)	I (°)	MAD (°)
BUR12-11-01	BT	<b>-62.81</b>	<b>58.15</b>	<b>3.09</b>	BOR12-04-01		<b>-15.4</b>	<b>50.1</b>	<b>1.7</b>
BUR12-11-02		-35.77	60.49	2.58	BOR12-04-02	HTBT	<b>9.7</b>	<b>60.3</b>	<b>1.4</b>
BUR12-11-03		-39.33	62.06	3.45	BOR12-04-03		<b>27.1</b>	<b>72.4</b>	<b>0.9</b>
BUR12-11-04		-31.97	55.27	1.91	BOR12-04-04		<b>116.6</b>	<b>2.7</b>	
BUR12-11-05		-32.71	62.08	3.01	BOR12-04-05		<b>7.3</b>	<b>46.4</b>	<b>1.3</b>
BUR12-11-06	BT				BOR12-04-06		<b>13.5</b>	<b>34.2</b>	<b>1.9</b>
BUR12-11-07		-38.09	62.09	3.55	BOR12-04-07		<b>193.1</b>	<b>11.2</b>	
BUR12-11-08		-26.44	59.22	2.36	BOR12-04-08		<b>311.6</b>	<b>40.9</b>	<b>2.3</b>
BUR12-11-09		-20.32	65.06	1.93	BOR12-04-09	HTBT	<b>157.8</b>	<b>15.7</b>	
Site BUR12-01		<b>-32.2</b>	<b>61.0</b>	$\alpha_{95} = 3.3$ $k = 340.4$	BOR12-04-10		<b>150.1</b>	<b>25.2</b>	
					Site BOR12-04		<b>-3.6</b>	<b>72.8</b>	$\alpha_{95} = 8.2$ $k = 126.4$

Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/10			Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/7		
		D (°)	I (°)	MAD (°)			D (°)	I (°)	MAD (°)
CHA12-05-01		-6.4	61.8	1.4	PIC12-08-01	HTBT	<b>66.9</b>	<b>41.0</b>	<b>2.1</b>
CHA12-05-02		-7.2	58.5	1.7	PIC12-08-02	HTBT	-20.4	61.0	2.5
CHA12-05-03	BT	-14.5	59.9	1.2	PIC12-08-03	HTBT	<b>307.0</b>	<b>39.0</b>	<b>3.5</b>
CHA12-05-04		-13.2	59.6	1.6	PIC12-08-04	HTBT	-35.8	44.8	2.2
CHA12-05-05		1.2	54.8	1.7	PIC12-08-05	HTBT	-38.1	53.5	3.0
CHA12-05-06		-8.1	61.9	2.0	PIC12-08-06	HTBT	-24.9	53.4	2.5
CHA12-05-07		-9.2	62.3	1.3	PIC12-08-07	HTBT	-26.8	51.0	3.2
CHA12-05-08		-6.8	58.0	1.5	PIC12-08-08	HTBT	-26.5	52.4	2.9
CHA12-05-09		-6.5	59.7	1.6	PIC12-08-09	HTBT	-32.6	51.5	2.6
CHA12-05-10	BT	-22.1	65.7	3.2	PIC12-08-10	HTBT	<b>1.0</b>	<b>35.6</b>	<b>11.9</b>
Site CHA12-05		<b>-8.9</b>	<b>60.4</b>	$\alpha_{95} = 2.5$ $k = 368.8$	Site PIC12-08		<b>-29.7</b>	<b>52.6</b>	$\alpha_{95} = 4.5$ $k = 177.8$

Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/9			Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/9		
		D (°)	I (°)	MAD (°)			D (°)	I (°)	MAD (°)
AIZ12-09-01	BT	-50.5	55.0	2.1	SOU12-11-01	HTBT	27.8	47.8	2.2
AIZ12-09-02	BT	-55.4	50.4	2.0	SOU12-11-02		26.2	46.9	2.3
AIZ12-09-03	BT	-63.4	55.7	2.2	SOU12-11-03	HTBT	11.9	54.5	1.8
AIZ12-09-04	BT	<b>-88.0</b>	<b>47.1</b>	<b>2.1</b>	SOU12-11-04		24.6	42.9	1.6
AIZ12-09-05	BT	-47.5	53.6	1.9	SOU12-11-05		9.8	51.6	2.4
AIZ12-09-06	BT	-47.8	52.4	1.4	SOU12-11-06	HTBT	11.1	48.9	3.3
AIZ12-09-07	BT	-38.2	56.3	2.1	<b>SOU12-11-07</b>	HTBT	<b>2.7</b>	<b>32.2</b>	<b>4.5</b>
AIZ12-09-08	BT	-43.7	56.1	2.0	SOU12-11-08		14.4	45.6	3.2
AIZ12-09-09	BT	-50.1	57.4	1.6	SOU12-11-09		10.2	49.2	3.2
AIZ12-09-10	BT	-55.3	58.5	1.5	SOU12-11-10	HTBT	14.6	51.7	2.6
Site AIZ12-09		<b>-50.2</b>	<b>55.2</b>	$\alpha_{95} = 3.1$ $k = 279.1$	Site SOU12-11		<b>17.0</b>	<b>49.0</b>	$\alpha_{95} = 3.8$ $k = 184.4$

Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/9			Carotte	BC	DesTh : N/n = 8/5		
		D (°)	I (°)	MAD (°)			D (°)	I (°)	MAD (°)
THU12-12-01		9.5	40.4	3.8	ROC12-14-01		<b>41.2</b>	<b>67.4</b>	<b>1.0</b>
THU12-12-02	HTBT	11.2	39.2	1.2	ROC12-14-02				
THU12-12-03		13.6	40.0	3.2	ROC12-14-03		-2.4	60.5	1.2
THU12-12-04		14.1	44.8	2.9	ROC12-14-04		10.3	66.7	1.6
THU12-12-05		11.5	47.9	3.8	ROC12-14-05	BT	<b>48.8</b>	<b>78.8</b>	<b>1.3</b>
THU12-12-06		8.3	44.9	2.8	ROC12-14-06				
THU12-12-07		<b>1.3</b>	<b>28.1</b>	<b>2.9</b>	ROC12-14-07		<b>-16.9</b>	<b>50.1</b>	<b>1.5</b>
THU12-12-08		10.1	42.3	2.6	ROC12-14-08		-2.9	64.0	1.4
THU12-12-09		13.0	38.4	1.7	ROC12-14-09		3.6	59.8	1.6
THU12-12-10		9.3	36.4	1.9	ROC12-14-10	BT	12.5	62.0	1.8
Site THU12-12		<b>11.2</b>	<b>41.6</b>	<b>α95 = 2.5 k = 412.6</b>	Site ROC12-14		<b>4.0</b>	<b>62.7</b>	<b>α95 = 4.0 k = 361.6</b>

Carotte	BC	DesTh : N/n = 9/6			Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/10		
		D (°)	I (°)	MAD (°)			D (°)	I (°)	MAD (°)
CHE12-15A-01	BT	-26.3	57.9	0.7	PAL12-16-01		<b>145.3</b>	<b>43.6</b>	
CHE12-15A-02		-30.2	56.7	1.4	PAL12-16-02		<b>152.2</b>	<b>27.5</b>	
CHE12-15A-03		-28.6	57.5	0.8	PAL12-16-03		<b>161.9</b>	<b>34.1</b>	
CHE12-15A-04		<b>260.7</b>	<b>70.9</b>	<b>1.1</b>	PAL12-16-04	HTBT	<b>158.7</b>	<b>26.9</b>	
CHE12-15A-05	HTBT	-10.9	63.8	1.0	PAL12-16-05		<b>144.0</b>	<b>40.8</b>	
CHE12-15A-06		<b>-65.5</b>	<b>46.0</b>	<b>2.8</b>	PAL12-16-06		<b>215.5</b>	<b>29.9</b>	
CHE12-15A-07		-38.5	53.9	1.7	PAL12-16-07	HTBT	<b>199.9</b>	<b>20.8</b>	
CHE12-15A-08		<b>-15.7</b>	<b>8.8</b>	<b>1.9</b>	PAL12-16-08		<b>214.5</b>	<b>26.5</b>	
CHE12-15A-09		-20.0	54.3	2.1	PAL12-16-09		<b>228.9</b>	<b>12.6</b>	
Site CHE12-15A		<b>-26.3</b>	<b>57.6</b>	<b>α95 = 5.0 k = 177.8</b>	PAL12-16-10		<b>210.9</b>	<b>17.3</b>	
					Site PAL12-16		<b>-22.1</b>	<b>55.0</b>	<b>α95 = 5.7 k = 112.1</b>

Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/0			Carotte	BC	DesTh : N/n = 10/9		
		D (°)	I (°)	MAD (°)			D (°)	I (°)	MAD (°)
VES12-18-01	HTBT	<b>28.8</b>	<b>54.8</b>	<b>1.6</b>	CHAM12-19-01		9.8	36.0	2.7
VES12-18-02		<b>19.4</b>	<b>75.0</b>	<b>2.3</b>	CHAM12-19-02		18.1	39.1	3.1
VES12-18-03		<b>13.5</b>	<b>55.8</b>	<b>1.6</b>	CHAM12-19-03				
VES12-18-04		<b>-0.6</b>	<b>36.2</b>	<b>1.7</b>	CHAM12-19-04	HTBT	18.2	44.0	2.2
VES12-18-05	HTBT	<b>7.2</b>	<b>30.0</b>	<b>4.1</b>	CHAM12-19-05		13.5	39.6	2.6
VES12-18-06		<b>9.0</b>	<b>19.2</b>	<b>3.0</b>	CHAM12-19-06		4.6	37.1	6.1
VES12-18-07		<b>8.2</b>	<b>20.3</b>	<b>1.8</b>	CHAM12-19-07		19.5	36.9	3.7
VES12-18-08		<b>10.2</b>	<b>7.7</b>	<b>1.2</b>	CHAM12-19-08		5.6	40.1	3.7
VES12-18-09		<b>14.5</b>	<b>22.9</b>	<b>3.5</b>	CHAM12-19-09		5.1	40.4	3.3
VES12-18-10		<b>14.8</b>	<b>52.3</b>	<b>2.0</b>	CHAM12-19-10	HTBT	<b>-59.6</b>	<b>58.7</b>	<b>4.3</b>
Site VES12-18		Aucune direction finale car les directions de chaque carotte sont trop différentes			CHAM12-19-11		16.1	34.0	3.3
					Site CHAM12-19		<b>12.3</b>	<b>38.7</b>	<b>α95 = 3.6 k = 211.3</b>